



**AGENCIA DE COOPERACIÓN  
INTERNACIONAL DEL JAPÓN (JICA)**

**REPÚBLICA DE PANAMÁ  
AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE**

**EL PROYECTO SOBRE TÉCNICAS DE MONITOREO  
DE LA CALIDAD DEL AGUA (FASE II)  
EN LA REPÚBLICA DE PANAMÁ**

**INFORME FINAL DEL PROYECTO**

**Octubre 2012**

**EQUIPO DE EXPERTOS DE JICA**

<b>GE</b>
<b>JR</b>
<b>12-140</b>





**AGENCIA DE COOPERACIÓN  
INTERNACIONAL DEL JAPÓN (JICA)**

**REPÚBLICA DE PANAMÁ  
AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE**

**EL PROYECTO SOBRE TÉCNICAS DE MONITOREO  
DE LA CALIDAD DEL AGUA (FASE II)  
EN LA REPÚBLICA DE PANAMÁ**

**INFORME FINAL DEL PROYECTO**

**Octubre 2012**

**EQUIPO DE EXPERTOS DE JICA**

US\$ 1.00 = Yen 78.63  
(A septiembre del 2012)

## PDM (Matriz de Diseño del Proyecto)

-Meta superior del Proyecto, Sus Indicadores, Resultados, y Otros

Nombre del Proyecto: Proyecto de Técnicas de Monitoreo para la Calidad de Agua – Fase II  
 Área Beneficiada: Área Metropolitana de Panamá, en la República de Panamá.  
 Duración del Proyecto: 4 años  
 Grupo Meta: Personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM

Ver.3 3 de febrero de 2012

Resumen Narrativo	Indicadores Verificables	Medios de Verificación	Supuestos Importantes
<p style="text-align: center;"><b>Meta superior del Proyecto</b></p> <p>La capacidad de cumplimiento de las normas de calidad ambiental de aguas superficiales y residuales en la República de Panamá será fortalecida.</p>	<p>1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el muestreo de la calidad de agua.</p> <p>2. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el análisis de la calidad de agua.</p> <p>3. Se expande el área monitoreada por el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p>	<p>1. Memoria Anual de la ANAM</p> <p>2. Memoria Anual de la ANAM</p> <p>3. Informe de Calidad de Agua</p>	
<p style="text-align: center;"><b>Objetivo del Proyecto</b></p> <p>El Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM tiene la capacidad de proporcionar información confiable a través de la implementación de un sistema de aseguramiento y control de la calidad (QA/QC) que contribuirá al fortalecimiento de la gestión ambiental de la ANAM.</p>	<p>1. Al menos veinte (20) parámetros (4 parámetros / año x 4 años) con SOPs serán establecidos.</p> <p>2. Capacidad de proveer datos de calidad de agua con base al procedimiento de QA/QC establecidos para 20 parámetros. (La línea de base se establecerá después del inicio del Proyecto)</p> <p>3. Cuatro reportes científicos (4) sobre la calidad de agua para gestión ambiental, con análisis de datos de monitoreo, publicado.</p>	<p>1. Manuales SOPs</p> <p>2.Registros de manual de análisis QA/QC</p> <p>3. Informe de Monitoreo de Calidad de Agua</p>	<p>El Gobierno de Panamá mantiene o mejora los principios de la política nacional del ambiente y las regulaciones ambientales vigentes.</p>
<p style="text-align: center;"><b>Resultados del Proyecto</b></p> <p>1. Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p>	<p>1-1 Al menos veinte (20) parámetros con la técnica de análisis establecidos.</p> <p>1-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para realizar análisis usando los SOPs establecidos mediante las actividades relacionadas al Resultado 2.</p> <p>1-3 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para realizar muestreos usando los SOPs establecidos mediante las actividades relacionadas al Resultado 2.</p> <p>1-4 2,000 muestras serán coleccionadas por año siguiendo los SOPs establecidos.</p>	<p>1. Manuales de Análisis SOPs</p> <p>2. Informe de Proyecto</p> <p>3. Informe de Proyecto</p> <p>4. Informe interno, informe de proyecto sobre monitoreo de la calidad del agua</p>	<p>Se mantiene o mejora las funciones del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p>

<p>2. Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p>	<p>2-1 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en los métodos de calibración.</p> <p>2-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en el cálculo de análisis de incertidumbre.</p> <p>2-3 Al menos veinte (20) parámetros con SOPs validados.</p> <p>2-4 Supervisión de registros técnicos y realización de 20 parámetros de SOPs basados en la norma ISO 17025.</p> <p>2-5 Se realizará por lo menos 10 auditorías internas de DIPROCA a través de sistema de QA/QC.</p>	<p>1. Informe de proyecto</p> <p>2. Informe de proyecto</p> <p>3. Manual de SOPs y QA/QC</p> <p>4. Registros técnicos y SOPs a través del ISO 17025.</p> <p>5. Informe de Proyecto</p>	
<p>3. Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar los conocimientos e informaciones científicas relacionadas con el proceso de monitoreo ambiental.</p>	<p>3-1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en los procedimientos de monitoreo de la contaminación industrial.</p> <p>3-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en la interpretación de la calidad de agua.</p> <p>3-3 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en el estudio de dinámica de contaminantes en el entorno hídrico.</p> <p>3-4 Un plan de monitoreo de agua acerca de un área de cuencas hídrica piloto seleccionado es establecido.</p> <p>3-5 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para evaluar la relevancia de las normas de calidad de agua.</p>	<p>1. Informe de Proyecto</p> <p>2. Informe de Proyecto</p> <p>3. Plan de monitoreo sobre la calidad del agua, Informe de proyecto</p> <p>4. Plan de monitoreo sobre la calidad del agua, Informe de proyecto</p> <p>5. Informe de proyecto</p>	

Las Fotos  
Las actividades en común entre los tres resultados



Foto 1: La presentación del líder del equipo de JET en 5<sup>to</sup> CCC.



Foto 2: La presentación del jefe de Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM en 5<sup>to</sup> CCC.



Foto 3: La presentación del miembro del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM en 5<sup>to</sup> CCC.



Foto 4: La firma de la minuta en el 5<sup>to</sup> CCC.



Foto 5: La entrevista por medios de comunicación después de 5<sup>to</sup> CCC.



Foto 6: Jefe de Laboratorio comparte el conocimiento obtenido a través de la capacitación en Japón

## Resultado 1



Foto 7: La asistencia técnica en el reemplazo de membrana de OD del sistema de monitoreo multi-parámetro para la calidad del agua.



Foto 8: El entrenamiento de utilización del equipo de multi-parámetro a través del manual el cual prepararon en la asistencia técnica.



Foto 9: La práctica en el campo sobre utilización del equipo de multi-parámetro.



Foto 10: El entrenamiento en el campo para la medición del caudal del río sobre río Chame.



Foto 11: El intercambio de los conocimientos técnicos obtenidos por una presentación del Sr. Olmedo. (véase Foto 10)



Foto 12: La asistencia técnica sobre análisis de IC al Ing. Falcón.



## Resultado 1



Foto 13: La asistencia técnica sobre análisis de IC a la Dra. Denise.



Foto 14: La asistencia técnica sobre análisis de IC a las Lic. Yahaira y Lic. Julia.



Foto 15: La asistencia técnica sobre análisis de amoníaco.



Foto 16: La asistencia técnica sobre análisis de NT.



Foto 17: La asistencia técnica sobre análisis de detergente.



Foto 18: La medición del análisis de detergente después de desarrollar el color.

## Resultado 1



Foto 19: La explicación sobre operación básica del procedimiento y la preparación de aséptica para el análisis de T-coli y F-coli.



Foto 20: La asistencia técnica sobre análisis de Hg al Ing. Roberto.

## Resultado 2



Foto 21: La discusión sobre estado actual y los temas del sistema de QA/QC en el laboratorio en consideración a la acreditación de ISO.



Foto 22: La presentación por Lic. Dessy (centro) sobre método de la calibración con el fin de compartir el conocimiento obtenido por la asistencia técnica con los otros miembros del laboratorio.



Foto 23: La presentación por Lic. Yahaira sobre resultado de prueba de repetitividad de IC para compartir el nivel del análisis actual.



Foto 24: La asistencia técnica sobre prueba del control de la calidad de ST, SD y SS.



## Resultado 2



Foto 25: La auditoría interna preliminar para análisis de IC por miembro de laboratorio.



Foto 26: La asistencia técnica para auditoría interna preliminar sobre análisis de detergente.



Foto 27: La Asistencia técnica sobre cálculo de incertidumbre.



Foto 28: La explicación de la correlación entre CE y SD.

## Resultado3



Foto 29: El seminario de auto purificación en el río.



Foto 30: El seminario de la preparación de gráfica utilizando la tabla dinámica.



Cuadro de Abreviaturas-Sustancia Química, Parámetro, Equipo de Análisis, y otros.

Ba	Bario
BaCO <sub>3</sub>	Carbonato de bario
Ba(OH) <sub>2</sub>	Hidróxido de bario
BaSO <sub>4</sub>	Sulfato de Bario
BOD	Demanda Bioquímica de Oxígeno
Br <sup>-</sup>	Ión de Bromuro
C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	Etilbenceno
Ca <sup>2+</sup>	Ión de Calcio
Cl <sup>-</sup>	Ión de Cloro
CN <sup>-</sup>	Ión de Cianuro
CNO <sup>-</sup>	Ión de cianato
CO <sub>2</sub>	Dióxido de Carbono
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	Ión de Carbonato
COD	Demanda Química de Oxígeno
C/P	Contraparte
Cr <sup>6+</sup>	Cromo hexavalente
DO	Oxígeno Disuelto
DS	Sólidos Disueltos
EC	Conductividad Eléctrica
ETESA (Empresa de Transmisión Eléctrica, S.A.)	Empresa de Transmisión Eléctrica
F <sup>-</sup>	Ión de Flúor
F-Coli	Coliformes fecales
H <sub>2</sub> O	Agua
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Ácido Sulfúrico
H <sup>+</sup>	Ión de Hidrogeno
Hg	Mercurio
HPLC	Cromatografía líquida de alto rendimiento
IC	Cromatografía de iones
ICA (Índice de la Calidad del Agua)	Índice de Calidad de Agua
IDB	Banco Interamericano de Desarrollo
JET	Equipo de los Expertos de JICA
JIS	Estándar de Industrial Japonés
K	Potasio
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	Persulfato de Potasio
MBAS	Sustancias activas al azul de metileno
Mg <sup>2+</sup>	Ión de Magnesio
MPN	Número más Probable
Na <sup>+</sup>	Ión de Sodio
NaCl	Cloruro de sodio
NaClO	Hipoclorito de sodio
Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	Sulfato de sodio
NIST	Instituto Nacional de Estándares y Tecnología

NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	Ión de Amoníaco
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Ión de Nitritos
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Ión Nitratos
OH <sup>-</sup>	Ión de hidróxido
Pb	Plomo
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	Ión de fosfato
psi	lb/in <sup>2</sup>
SM	Método Estándar de Inspección de Agua y Agua Residual
SnCl <sub>2</sub>	Cloruro de estaño
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Ión de Sulfato
SOP	Procedimiento Operativo Estándar
SS	Sólidos Suspendidos
TC	Comité Técnico
T-Coli	Coliformes Totales
TN	Nitrógeno Total
TP	Fósforo Total
TS	Sólidos Totales
COV	Compuestos orgánicos volátiles

## ÍNDICE DE CONTENIDO

Página

<b>CAPÍTULO 1</b>	<b>DESCRIPCIÓN GENERAL DEL PROYECTO .....</b>	<b>1</b>
1.1	Antecedentes del Proyecto .....	1
1.2	Descripción General del Proyecto.....	1
<b>CAPÍTULO 2</b>	<b>ESTRATEGIA DE IMPLEMENTACIÓN PARA ASISTENCIA TÉCNICA DEL PROYECTO .....</b>	<b>5</b>
2.1	Comité Conjunto de Coordinación (CCC).....	5
2.2	CT .....	5
<b>CAPÍTULO 3</b>	<b>ACTIVIDAD COMPLETA EN EL PERIODO DEL PROYECTO.....</b>	<b>6</b>
3.1	El diagrama de flujo del trabajo .....	6
3.2	Resumen de logro basando en “Resultado del proyecto” de PDM .....	9
3.2.1	Logro de “Resultado 1: Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM” .....	9
3.2.2	Logro de “Resultado 2: Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.....	13
3.2.3	Logro de “Resultado 3: Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar conocimientos e información científica relacionados con el proceso del monitoreo ambiental” .....	14
3.3	Productos y logros del Proyecto.....	15
3.4	Modificación de PDM.....	15
3.5	Actividades del plan de operativo .....	15
3.6	Los materiales de la presentación por C/P en CT.....	15
<b>CAPÍTULO 4</b>	<b>ACTIVIDADES DEL5<sup>to</sup> AÑO FISCAL.....</b>	<b>17</b>
4.1	Las actividades en común dentro de los tres resultados .....	17
4.2	Actividades para “Resultado 1: Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM” .....	17
4.3	Actividad para “Resultado 2: Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.”.....	18
4.4	Actividad para “Resultado 3: Fortalecer la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar conocimientos e información con base científica relacionados con el proceso del monitoreo ambiental.....	24
<b>CAPÍTULO 5</b>	<b>ACTIVIDAD BASADA EN PO Y LOGROS .....</b>	<b>25</b>
5.1	Logros de la "Meta superior del Proyecto" y el "Objetivo del Proyecto" .....	25
5.2	Logros y actividades basadas en el PO .....	26
5.2.1	El logro de "Resultado 1: Se incrementa la capacidad técnica de muestreo y análisis de laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM." .....	26
5.2.2	El logro de "Resultado 2: Se mejora el sistema de aseguramiento y control de calidad (QA/QC) implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM." .....	27
5.2.3	El logro de "Resultado 3: Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar los conocimientos e informaciones científicas relacionados con el proceso del monitoreo ambiental.".....	29

<b>CAPÍTULO 6</b>	<b>RESULTADO DE ASIGNACIÓN DE EQUIPO DE EXPERTO JAPONESES</b>	
<b>Y SU APOORTE</b>	.....	<b>41</b>
6.1	Resultado de insumo por parte de Japonés.....	41
6.1.1	Resultado de asignación de expertos japoneses.....	41
6.1.2	Resultado de entrenamiento en Japón.....	43
6.1.3	Resultado del suministro de los equipos.....	44
6.1.4	Resultado de los gastos en Panamá por parte de Japonés .....	44
6.2	Resultado de aporte por la contraparte Panameña.....	45
<b>CAPÍTULO 7</b>	<b>RECURSO PARA LA IMPLEMENTACION DEL PROYECTO,</b>	
<b>LECCIONES Y SUGERENCIAS</b>	.....	<b>48</b>
<b>CAPÍTULO 8</b>	<b>REGISTRO DE CELEBRACIÓN DE CCC.....</b>	<b>52</b>

**Apéndice**



## Tabla de Contenido

Fig. 1.1	Diagrama conceptual para la implementación del proyecto .....	3
Fig. 3.1	Diagrama de flujo del Proyecto .....	7
Fig. 6.1	Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2008 .....	41
Fig. 6.2	Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2009 .....	42
Fig. 6.3	Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2010 .....	42
Fig. 6.4	Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2011 .....	43
Fig. 6.5	Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2012 .....	43
Tabla 1.1	Lista de los miembros de C/P .....	4
Tabla 2.1	Propósito y Actividades del CCC.....	5
Tabla 3.1	Parámetros y los participantes de la capacitación .....	10
Tabla 3.2	Evaluación de las técnicas de análisis.....	12
Tabla 3.3	Criterio de evaluación .....	13
Tabla 3.4	Modificación de PDM.....	15
Tabla 3.5	Lista de la presentación por C/P en CT.....	16
Tabla 4.1	Asistencia para la calculación de la incertidumbre .....	19
Tabla 5.1	Expectativa del logro de la "Meta superior del Proyecto" .....	25
Tabla 5.2	Expectativa del logro del "Objetivo del Proyecto" .....	26
Tabla 5.3	Resultado de actividades y participantes de C/P.....	32
Tabla 6.1	Resumen del resultado de la asignación del experto japonés.....	41
Tabla 6.2	Resumen del primero entrenamiento en Japón .....	44
Tabla 6.3	Resumen del segundo entrenamiento en Japón.....	44
Tabla 6.4	Resultado de los gastos en Panamá por la parte de Japonés .....	45
Tabla 6.5	Asignación de C/P para cada indicador de PDM .....	45
Tabla 6.6	Presupuesto y ejecución del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM .....	47
Tabla 7.1	Lista de persona encargada para los parámetros de análisis .....	50
Tabla 8.1	Registro de la celebración de CCC .....	52



# **CAPÍTULO 1 DESCRIPCIÓN GENERAL DEL PROYECTO**

## **1.1 Antecedentes del Proyecto**

La población de la República de Panamá se concentra mayormente en la capital de la ciudad de Panamá y en la Provincia de Panamá, localizadas en la parte central del país. A partir de este fenómeno, surge el problema ambiental en el área urbana. En especial, para los ríos que fluyen en el Área Metropolitana de Panamá, los cuales se encuentran altamente contaminados. Los principales factores de contaminación identificados incluyen: 1) La red de alcantarillado y las instalaciones para tratamiento de aguas residuales las cuales han quedado desfasadas o las instalaciones existentes se encuentran fuera de funcionamiento, 2) Las aguas residuales domésticas e industriales se descargan directamente a los ríos sin ningún tratamiento etc.

Con el fin de contrarrestar el deterioro del medio ambiente citado anteriormente, el Gobierno de Panamá promulgó en 1998 el Decreto No. 41 que especifica las medidas para el control del medio ambiente del país, y se obliga a todos los panameños a respetar dicho decreto. La Autoridad Nacional del Ambiente (ANAM) es el auditor de la ley en cooperación con otras autoridades públicas competentes. Por la resolución referente a la regulación técnica del Decreto No. 41 en el 2002, a partir de junio de 2006 todo tipo de descargas al sistema de alcantarillado requiere de autorización previa de la ANAM. Además, la ANAM fue investida con la autoridad para inspeccionar el cumplimiento de estas regulaciones. Sin embargo, la ANAM no puede desempeñar esta función satisfactoriamente por la falta de recursos humanos, administrativos y sistema operativo. Bajo tales circunstancias, el Gobierno de Panamá solicitó a la Agencia de Cooperación Internacional del Japón (en lo sucesivo se denominará “JICA”) llevar a cabo el Proyecto sobre Técnicas de Monitoreo de la Calidad de Agua-PROTEMOCA (que en lo sucesivo se denominará “el Proyecto de la Fase I”). Este proyecto inició a partir de octubre del 2003 y tuvo una duración de 3 años, pero sus resultados fueron poco satisfactorios así como precisión analítica y técnico del monitoreo de la calidad del agua. A base de estos antecedentes, el Gobierno de Panamá consideró la necesidad de la asistencia continua y solicitó al Gobierno del Japón sobre PROTEMOCA Fase II.

En respuesta a dicha solicitud, JICA llevó a cabo el estudio preliminar sobre el Proyecto en el enero del 2007. A través del estudio, el Gobierno de Panamá estuvo de acuerdo sobre el Plan Maestro. Posteriormente, las minutas de la reunión sobre la organización para la implementación del proyecto de ambas partes y los otros, fue firmada.

## **1.2 Descripción General del Proyecto**

El presente proyecto tiene como objeto fortalecer la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM a través de la implementación del sistema QA/QC para la provisión de la información confiable, que pueda contribuir a la gestión ambiental de la ANAM. Los objetivos generales y los objetivos específicos y los resultados esperados del proyecto son como se indica abajo. Algunos los indicadores de verificación de los resultados, se modificaban durante el proyecto. El detalle se puede hacer referencia a “3.4 Modificación de PDM”.

### **(1) Objetivo General**

Se fortalece la capacidad de gestión en relación con el cumplimiento de los estándares para las aguas

superficiales y las normas de efluentes de la República de Panamá.

## (2) Objetivo

El laboratorio de calidad ambiental es capaz de proporcionar información confiable a través de la aplicación de QA/QC para contribuir en el fortalecimiento de la gestión ambiental de la ANAM.

## (3) Resultados

Resultado-1: Se incrementará la capacidad técnica del muestreo y el análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.

Resultado-2: Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.

Resultado-3: Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar el conocimiento e información científica relacionada con el proceso de monitoreo ambiental.

## (4) Área de Impacto del Proyecto

El área de impacto del proyecto abarca toda la zona de la República de Panamá.

## (5) Organización de la implementación del Proyecto

La Organización para la Implementación del Proyecto por la parte de la ANAM es la siguiente:

- Director del Proyecto: Subadministrador de la ANAM.
- Gerente del Proyecto: Director de la DIPROCA de la ANAM.

Vale la pena señalar que como consecuencia del cambio del poder político llevado a cabo en julio de 2009, el Director del Proyecto fue cambiado a Sub-administrador del Administrador General de la ANAM. La Figura 1.1 y Tabla 1.1 respectivamente, presentan diagrama conceptual de la organización para la implementación del proyecto, organigrama del Laboratorio de la ANAM, y de los integrantes de la contraparte para la implementación del proyecto.

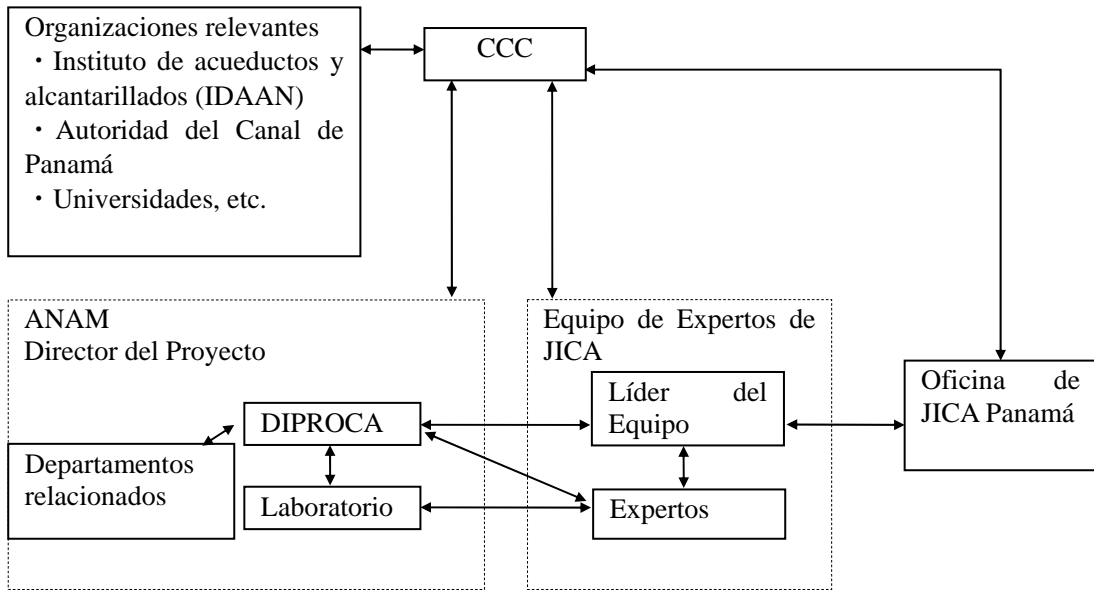


Fig. 1.1 Diagrama conceptual para la implementación del proyecto

Tabla 1.1 Lista de los miembros de C/P

Nombre	Posición	Empleo		Año / Mes											
		permanente	contrato	2004											
				1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Director de Project</b>															
Dr. Ligia Castro de Doens	Administrador			[shaded]											
Lic. Epimenides Díaz	Sub administrador			[shaded]											
Lic. Melanie Castillo	Sub administrador			[shaded]											
Ing. Silvano Vergara	Sub administrador	●		[shaded]											
<b>Gerente de Project</b>															
Lic. Natalia Young	Director de DIPROCA			[shaded]											
Lic. Arcelia Kiver	Director de DIPROCA			[shaded]											
Lic. Julio Castillo	Director de DIPROCA			[shaded]											
Lic. Nina Kalinina	Director de DIPROCA			[shaded]											
Dra. Milixa Muñoz	Director de DIPROCA			[shaded]											
Ing. Gerardo González	Director de DIPROCA			[shaded]											
Ing. Billy Ubillús	Director de DIPROCA	●		[shaded]											
<b>Jefe de Laboratory</b>															
Ing. Aristides Falcón*		●		[shaded]											
Dr. Belgis Chial				[shaded]											
Dra. Denise Delvalle				[shaded]											
<b>Los Técnicos</b>															
Lic. Julia Pineda		●		[shaded]											
Lic. Eduviges Núñez		○		[shaded]											
Lic. Roberto Rey		○		[shaded]											
Lic. Julio Arosemena		○		[shaded]											
Lic. Ismenia Espino			○	[shaded]											
Lic. Dessy Garrido			○	[shaded]											
Lic. Yahaira Espinosa			●	[shaded]											
Lic. Ana Raquel Tuñon			●	[shaded]											
Lic. José Ortega			○	[shaded]											
Lic. Alexis Amor			○	[shaded]											
Lic. Nerys Cedeño		○		[shaded]											
Lic. Jetzabel Escudero		○		[shaded]											
Lic. Ana Luisa García			○	[shaded]											
Lic. Olmedo Pérez Núñez			●	[shaded]											
Lic. Janell Magué Cerceño			●	[shaded]											
Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy			○	[shaded]											
Lic. Lizbeth del C. Brito Peña			○	[shaded]											
Lic. Tídam Kale Santamaría			○	[shaded]											

○: C/P que renunciado ANAM. ●: C/P que trabajando actual de ANAM

[shaded box]: Periodo de empleo

\*: Trabajado como jefe de laboratorio a partir de julio 09 hasta enero 10 y agosto 11 actuales.

## CAPÍTULO 2 ESTRATEGIA DE IMPLEMENTACIÓN PARA ASISTENCIA TÉCNICA DEL PROYECTO

Con el fin de facilitar la implementación de este proyecto, es importante que el personal y las organizaciones correspondientes conozcan la estrategia del proyecto y sus avances. Además, es importante compartir los resultados entre el personal técnico a fin de considerar la eficiencia y la sostenibilidad del proyecto. Estos son considerados para ser la columna central en la implementación del proyecto. CCC y TC fueron establecidos bajo estas consideraciones.

### 2.1 Comité Conjunto de Coordinación (CCC)

El Comité Conjunto de Coordinación (CCC) se estableció como la autoridad más alta que analiza la estrategia, la implementación, y los temas relacionados con el proyecto. El propósito principal y las actividades se presentan en la Tabla 2.1. La CCC se celebra una o dos veces al año. Sin embargo, si es necesario, se puede realizar en cualquier momento. Los documentos de CCC se presentan en el Capítulo 8.

Tabla 2.1 Propósito y Actividades del CCC

Denominación	CCC
Propósitos	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Para tomar una decisión de la estrategia, la implementación, y las temas relacionadas con el proyecto.</li> <li>- Para discutir la estrategia de implementación en coordinación con la organización correspondiente.</li> </ul>
Actividades	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Para discutir y aprobar la estrategia básica, y las actividades realizadas y las próximas actividades.</li> <li>- Para discutir y aprobar el informe del proyecto presentado por el JET.</li> </ul>
Miembros	Contraparte Panameña <ul style="list-style-type: none"> <li>- Dirección General de Protección de la Calidad Ambiental (DIPROCA), Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM, y otras autoridades panameñas</li> </ul> Contraparte Japonesa <ul style="list-style-type: none"> <li>- JET, Oficina de JICA en Panamá, Embajada de Japón en Panamá.</li> </ul>
Secretaría	DIPROCA
Función de Secretaría	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparación de la agenda, el enlace con los miembros, la coordinación de programa del CCC, la preparación de los documentos distribuidos.</li> <li>- La administración de la implementación del proyecto, las relaciones públicas del proyecto y la preparación de la minuta de la reunión</li> </ul>
Función de JET	<ul style="list-style-type: none"> <li>- La asistencia para la preparación del programa, la preparación de documentos distribuidos y las relaciones públicas del proyecto.</li> <li>- La asistencia para preparar la minuta de reunión.</li> </ul>

### 2.2 CT

El CT, se celebra para tratar con el personal técnico sobre el seminario de la asistencia técnica, los problemas que se encuentren a través de OJT y el concepto general de gestión ambiental. En cuanto al resultado de la asistencia técnica, se promueve la presentación por la persona que recibió el entrenamiento para presentar sus experiencias. A través de la presentación por los técnicos, se puede compartir con los demás sobre conocimiento obtenido por el entrenamiento. Además se puede observar los niveles de dificultad encontrados. Esta observación puede dar una idea acerca de los métodos de entrenamiento eficaces y el contenido que puede ser aplicado en el entrenamiento futuro. Se muestra la presentación por C/P en TC en la Tabla 3.5.

## **CAPÍTULO 3 ACTIVIDAD COMPLETA EN EL PERIODO DEL PROYECTO**

### **3.1 El diagrama de flujo del trabajo**

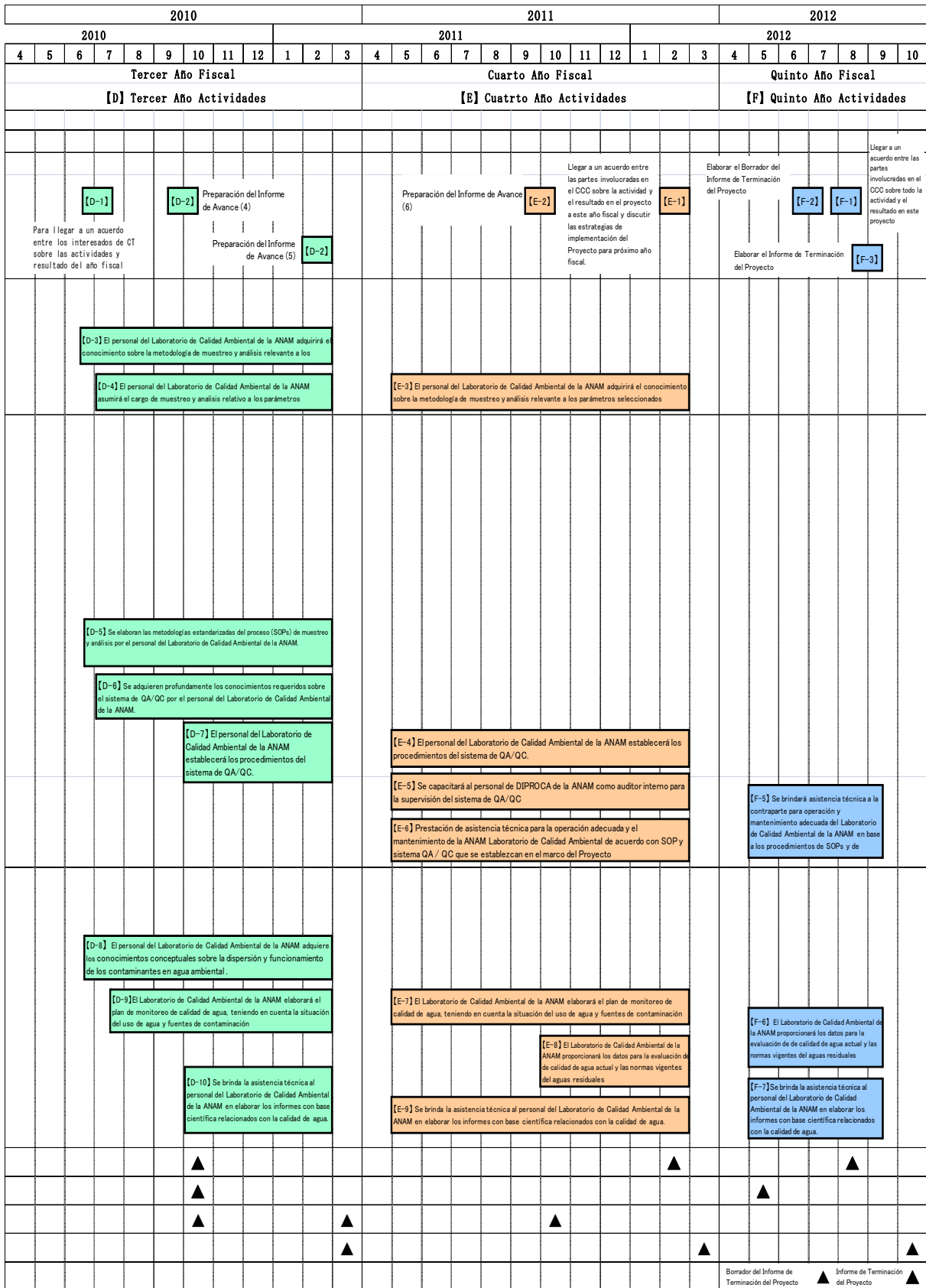
El diagrama del flujo del trabajo se menciona en el Figura 3.1.



Fig. 3.1 Diagrama de flujo del Proyecto (1/2)

Año Fiscal	2008					2009											
Año	2008		2009														
Mes	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
	PRIMER AÑO FISCAL					Segundo Año Fiscal											
	[A] Labores en Japón [B] Primer Año Labores					[C] Segundo Año Labores											
<b>Objetivos</b>																	
<b>Labores en Japón</b>	[A-1] Preparación del Borrador del Informe Inicial																
<b>Las Actividades de los Tres Resultados en Común</b>	<p>[B-1] Presentación del Borrador de Informe e intercambio de experiencias relevantes</p> <p>[B-2] Recolección de los Datos de la Línea de Base</p> <p>[B-3] Formulación de un plan para la adquisición de equipos</p> <p>[B-4] Elaboración del Informe de Avance (No.1)</p> <p>[C-2] Preparación del Informe de Avance (2)</p> <p>[C-1] Llegar a un acuerdo entre las partes involucradas en el COC sobre el informe de avance (No.3) el proyecto.</p> <p>[C-2] Preparación del Informe de Avance (3)</p>																
<b>Resultados1: Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</b>	<p>[B-5] Se realizará el diagnóstico sobre las técnicas vigentes de análisis y monitores del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>[B-6] Se seleccionarán los parámetros de análisis requeridos para la gestión ambiental de la ANAM</p> <p>[B-7] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM adquirirá el conocimiento teórico de las técnicas de muestreo y análisis sobre los parámetros seleccionados</p> <p>[C-3] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM adquiere el conocimiento sobre la metodología de muestreo y análisis relevante a los parámetros seleccionados</p> <p>[C-4] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental asume el cargo de muestreo y análisis con respecto a</p>																
<b>Resultados2: Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad ambiental de la ANAM.</b>	<p>[B-8] Se realizará el diagnóstico sobre los SOPs disponibles para los procesos de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>[B-9] Se realiza el diagnóstico sobre la capacidad de elaboración de SOPs del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>[B-10] Se planifica la elaboración de SOPs conforme a los resultados de las actividades 2-1 y 2-2 de la</p> <p>[B-11] Se adquieren los conocimientos sobre la metodología de calibración para los procesos de muestreo y análisis por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>[B-12] Se adquieren los conocimientos relacionados a SOPs, incluyendo el análisis de incertidumbre para los procesos de muestreo y análisis por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>[C-5] Se adquieren los conocimientos sobre la metodología de calibración para los procesos de muestreo y análisis por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>[C-6] Se adquirirán los conocimientos relacionados a SOPs, incluyendo el análisis de incertidumbre para los procesos de muestreo y análisis por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>[C-7] Se elaborará la metodología estandarizada del proceso de muestreo y análisis por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>El personal del Laboratorio de Calidad de Agua Ambiental de la ANAM adquirirá los conocimientos acerca de los parámetros de análisis y la metodología de muestreo a ser aplicados de acuerdo a la clasificación de las actividades industriales</p>																
<b>Resultados3: Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar conocimientos e informaciones científicas relacionados con el proceso del monitoreo ambiental.</b>	<p>[B-13] El personal del Laboratorio de Calidad de Agua Ambiental de la ANAM adquiere los conocimientos acerca de los parámetros de análisis y la metodología de muestreo a ser aplicados de acuerdo a la planificación de las actividades industriales -- B-14</p> <p>[B-14]</p> <p>[B-15]</p> <p>[B-16] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM adquiere los conocimientos sobre la estimación del origen de las fuentes de contaminación relacionadas a las anomalías de calidad de</p> <p>[C-8]</p> <p>[C-9] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM adquirirá conocimientos sobre la estimación del origen de las fuentes de contaminación relacionadas a las anomalías de calidad de agua</p> <p>[C-10] Preparación del plan de monitoreo de la calidad del agua por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM tomando en cuenta el uso de las aguas, fuentes de contaminación y condiciones naturales.</p> <p>[C-12] Se brinda la asistencia técnica al personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM en elaborar los informes con base científica relacionados con la calidad de agua.</p>																
<b>Comision de Conferencias Conjunto</b>	▲																
<b>Evaluaciones Intermedias/Evaluación final</b>																	
<b>Informes</b>	<p>Informe de Avance del Proyecto ▲</p> <p>Informe Final ▲</p> <p>Informe de Terminación del ▲</p>																

Fig. 3.1 Diagrama de flujo del Proyecto (2/2)



## **3.2 Resumen de logro basando en “Resultado del proyecto” de PDM**

### **3.2.1 Logro de “Resultado 1: Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM”**

Principal logro de “Resultado 1” es la asistencia técnica para el análisis de la calidad del agua y para la preparación de SOP. Para el análisis de la calidad del agua, la capacitación se dio a por lo menos dos C/P con el fin de mantener las técnicas en el laboratorio. Como resultado, muchos miembros del laboratorio recibieron entrenamiento como se muestra en la Tabla 3.1. En cuanto a los parámetros de la capacitación, se evaluó el nivel analítico por el resultado de las pruebas de repetitividad (véase Tabla 3.2). Los criterios de evaluación se presentan en Tabla 3.3. Existen varios parámetros con el nivel “B” y “C”, que es el valor de la medición de  $\pm 30\%$  en comparación con el valor verdadero. El mejoramiento de las técnicas de análisis para estos parámetros se puede considerar como un tema a futuro. En cuanto a preparación de SOP, se logró hacer 24 parámetros. Pero 8 parámetros (TS, SS, COD, BOD, T-Coli, F-Coli, aceite y grasa, y Pb) de SOP se prepararon a través de el proyecto de acreditación de ISO por IDB.

Tabla 3.1 Parámetros y participantes de la capacitación

Parámetro	Participante
ST, SD, SS	Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012)
DQO	Dra. Denise Delvalle Lic. Julia Pineda Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012) Lic. Ismenia Espino (Renuncia en octubre de 2010)
DBO	Lic. Denise Delvalle Lic. Julia Pineda Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012)
NT	Ing. Arístides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012) Lic. Dessy Garrido (Renuncia en octubre de 2010)
NH <sub>3</sub> <sup>+</sup> -N	Ing. Arístides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012)

Parámetro	Participante
IC (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N, NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -N, PO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , Br <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , F <sup>-</sup> )	Ing. Arístides Falcón Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ismenia Espino (Renuncia en octubre de 2010) Lic. José Ortega (Renuncia en octubre de 2010) Lic. Julio Arosemena (Renuncia en octubre de 2009)
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012)
FT	Lic. Yahaira Espinoza Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012) Lic. Dessy Garrido (Renuncia en octubre de 2010)
CN <sup>-</sup>	Lic. Yahaira Espinoza Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012)
T-coli, F-coli	Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Dessy Garrido (Renuncia en octubre de 2010)
detergente	Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012)

Parámetro	Participante
Aceite y grasa	Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012) Lic. José Ortega (Renuncia en octubre de 2010)
Hidrocarburo	Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012)
Cr <sup>6+</sup>	Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012)

Parámetro	Participante
Hg	Lic. Yahaira Espinosa Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Roberto Rey (Renuncia en junio de 2010) Lic. Jetzabel Escudero (Renuncia en agosto de 2010)
Pb	Ing. Arístides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (Renuncia en septiembre de 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Renuncia en agosto de 2012) Lic. Ana Luisa García (Renuncia en abril de 2012)

Tabla 3.2 Evaluación de las Técnicas de Análisis

20 parámetros seleccionados originalmente		Evaluación	Fecha de prueba (mes, año)	Método de análisis
1	ST	AA	Dic 2010	SM 2540 B. Total Solids at 103-105 °C
2	SD	AA	Dic 2010	SM 2540 C. Total Dissolved Solids Dried at 180 °C
3	SS	B	Dic 2010	SM 2540 D. Total Suspended Solids Dried at 103-105 °C
4	DQO	AA	Dic 2009	HACH Closed Reflux, Colorimetric Method
5	DBO	C	Dic 2009	SM 5210 B. 5-Day BOD Test
6	NT	AA	Oct 2011	SM 4500-N C. Persulfate Method, 4500-NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> E Cadmium Reduction Method, 4500-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> B Colorimetric Method
7	NH <sub>3</sub> <sup>+</sup> -N	AAA	Sep 2011	SM 4500-NH <sub>3</sub> B. Preliminary Distillation Step, F. Phenate Method
8	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N	AA	Oct 2011	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
9	FT	AA	Nov 2011	SM 4500-P B. Sample Preparation, F. Ascorbic Acid Method, J. Persulfate Method for Simultaneous Determination of Total Nitrogen and Total Phosphate
10	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	A	Oct 2011	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
11	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	B	Oct 2011	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
12	Cl <sup>-</sup>	B	Oct 2011	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
13	T-Coli	AA	Sep 2010	SM 9222 B. Standard Total Coliform Membrane Filter Procedure
14	F-Coli	B	Sep 2010	SM 9222 D. Fecal Coliform Membrane Filter Procedure
15	detergente	AA	Oct 2011	SM 5540 C. Anionic Surfactants as MBAS
16	Aceite y grasa	C	Feb 2012	SM 5520B Liquid-Liquid, Partition-Gravimetric Method
17	Hidrocarburo total	C	Feb 2012	SM 5520 F Hydrocarbons
18	Cr <sup>6+</sup>	AA	Sep 2011	SM 3500-Cr B. Colorimetric Method
19	Hg	AAA	Sep 2011	SM 3112 B. Cold-Vapor Atomic Absorption Spectrometric Method
20	Pb	-	-	-
4 parámetros añadidos				
1	Br <sup>-</sup>	A	Oct 2011	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
2	F <sup>-</sup>	AA	Oct 2011	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
3	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -N	AA	Oct 2011	SM 4500-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> B Colorimetric Method
		B	Oct 2011	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
4	CN <sup>-</sup>	-	-	-

Tabla 3.3 Criterio de Evaluación

Evaluación	Repetitividad <sup>1)</sup>	Diferencia del valor real <sup>1)</sup>	Límite de cuantificación		
			Alcanzables o menos alcanzable para el valor general del límite de determinación para el método aplicado.	Aplicables a las normas en Japón <sup>3)</sup>	Aplicables a las normas en Panamá <sup>4)</sup>
AAA	CV <sup>2)</sup> <10%	Dentro de ±10%	no se considera	Sí	Sí
AA				no	
A		Dentro de ±11%-30%	Sí	no se considera	
B		Superior ±30%	no se considera		Sí
C		CV>10%	-	-	

1) Repetitividad y Diferencia del valor real del T-coli y del F-coli es evaluado al convertirla a logaritmo.

2) Coeficiente de variación

3) Norma de ambiente y efluente

4) Norma de efluente

### 3.2.2 Logro de “Resultado 2: Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM

“Resultado 2” son las actividades relacionadas con QA/QC. El logro principal se detalla a continuación:

#### 1) Asistencia técnica para el aprendizaje del método de la calibración

Se lleva a cabo el entrenamiento técnico del método de la calibración para el equipo de pH y CE y la medición de sensibilidad del electrodo. El manual de la calibración se preparó a través del entrenamiento. En el transcurso de estos entrenamientos, se realizó la revisión de las hojas de calibración en el Laboratorio de Calidad Ambiental del ANAM.

#### 2) Asistencia técnica para la adquisición del análisis de la incertidumbre

El concepto del cálculo de la incertidumbre para pH, CE, ST, aceite y grasa y DBO fue explicado a los miembros del laboratorio. El cálculo de incertidumbre fue calculado por ellos mismos con la asistencia de JET sobre parámetros de pH, CE, ST, y DBO. Además de eso, a través de la asistencia técnica se llevó a cabo la práctica para C/P respecto con el cálculo de la incertidumbre estándar relativa y la extracción de los factores de errores por la medición de SAAM y la ley de la propagación de errores.

#### 3) Asistencia de preparación sobre SOP

El primero borrador del SOP fue preparado por discusión entre JET y C/P. Y C/P ha revisado cada parámetro de SOP. Además, ha escrito en SOP sobre mantenimiento de equipos de análisis principales.

#### 4) Asistencia técnica para control de documentación/control de registro basado en ISO17025

JET y el personal del laboratorio revisaron el manual vigente de Gestión de la Calidad de ANAM y sus procedimientos, y registro de calidad y técnico tales como formularios de confirmación de muestreo, los

registros de los resultados analíticos, y los demás. Sobre la base de la revisión, se procedió con la asistencia técnica con respecto a las medidas aplicables para el control de los registros de técnicas basadas en la norma ISO 17025.

5) Práctica de la auditoría interna basado en el sistema de QA/QC para el personal de Laboratorio

Los auditores internos fueron capacitados a través de la auditoría interna preliminar, cuyos temas fueron Cromatografía iónica, Hg. T-coli, detergente, y control de registro a través de ISO17025. En total, diez (10) personas del personal de DIPROCA fueron entrenados por la auditoría interna.

### **3.2.3 Logro de “Resultado 3: Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar conocimientos e información científica relacionados con el proceso del monitoreo ambiental”**

Resultado 3 es conducir la asistencia técnica para la interpretación y análisis de los datos de la medición y preparación del plan de monitoreo sobre calidad del agua en la cuenca del modelo. Los principales logros son los siguientes.

1) Interpretación de resultado de análisis de la calidad del agua

En general, CE y SD se correlacionan en el mismo río. Adicionalmente ST, SD y SS están teóricamente correlacionadas. En la aplicación de este concepto, se procedió a revisar los datos pasados de estos parámetros. Como resultado, pudieron verificar la correlación entre los datos. Por otro lado se confirmó que algunos datos tenían error de escritos sobre unidades. A través de esta asistencia técnica se adquirieron maneras de verificación de la precisión de los datos. Además, se informó sobre la manera de eliminar los errores en la escritura.

2) Comportamiento e interpretación de la contaminación y de las sustancias contaminantes

En la cuenca del río La Villa, utilizado como modelo, existen muchas porquerizas. Se consideró a la contaminación de estas fincas como una polémica ambiental. Para evitar el impacto negativo al ambiente circundante, muchas fincas de cerdos han instalado de lagunas de tratamiento de aguas residuales. Con el fin de mejorar la comprensión de este sistema, el seminario se dio a C/P abordando la teoría del sistema de la laguna, y el impacto de desbordamiento de las mismas. Por otro lado, ANAM está considerando monitorear el área circundante de la mina de oro que uno de más importante de su operación. Por eso realizó el seminario de la utilización y transferencia de contaminantes de mercurio y cianuro en una mina de oro.

3) Preparación del plan de monitoreo de la calidad del aguas en la cuenca del modelo

La cuenca del río La Villa fue seleccionada como modelo. La asistencia técnica se dio para preparación del plan de monitoreo de la calidad de agua en el río. Este plan de monitoreo de la calidad de agua se utiliza para la cuenca del río La Villa con una característica de la contaminación en la cuenca del río, una tendencia histórica la calidad del aguas, y los parámetros de análisis con más frecuencia en el futuro. Este plan fue preparado con la cooperación de otros departamentos de DIPROCA. Por ejemplo, los datos de la cuenca del río La Villa coleccionado por la oficina de la provincia de Herrera y Los santos. Además, la Dirección de Administración de Sistemas de Información Ambiental de ANAM preparó los mapas relacionado ambiente en la cuenca del río La Villa a través de la modificación del mapa existente y



adicionando nuevos datos. La información básica se resume en estos trabajos de colaboración.

### 3.3 Productos y logros del Proyecto

Los resultados del proyecto son los siguientes:

#### 1) SOP

El SOP ha preparado para los 24 parámetros seleccionados de ST, SD, SS, DQO, DBO, NT,  $\text{NH}_3^+\text{-N}$ ,  $\text{NO}_3^-\text{-N}$ , FT,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ , T-Coli, F-Coli, detergente, Aceite y Grasa, Hidrocarburo Total,  $\text{Cr}^{6+}$ , Hg, Pb,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{NO}_2^-\text{-N}$ , y  $\text{CN}^-$  (véase Apéndice 3.1).

#### 2) El plan del monitoreo sobre la calidad del agua

El plan del monitoreo de la calidad del agua fue preparado para la cuenca de La Villa seleccionada como modelo del proyecto. El plan se compone de los parámetros de monitoreo, los puntos de monitoreo y la frecuencia del análisis (véase Apéndice 3.2).

### 3.4 Modificación de PDM

Tabla 3.4 Indica la fecha de modificación de PDM. Cada versión se refiere al Apéndice 3.3 a 3.5.

Tabla 3.4 Modificación de PDM

Versión	Fecha	Referencia
1	19 de agosto de 2008	Apéndice 3.3
2	15 de octubre de 2010	Apéndice 3.4
3	3 de febrero de 2012	Apéndice 3.5

Modificación de artículo de versión 1 a 2, y de versión 2 a 3 resumido en Apéndice 3.6 y 3.7 respectivamente.

### 3.5 Actividades del plan de operativo

El plan original y logro de actividades con el plan de operación han descrito en Apéndice 3.8.

### 3.6 Los materiales de la presentación por C/P en CT

Con el fin de compartir conocimiento obtenido por asistencia técnica y entrenamiento en Japón, C/P informó al respecto según la presentación de CT. Los títulos de la presentación están en la lista de Tabla 3.5.

Tabla 3.5 Lista de la presentación por C/P en CT

Fecha	Presentador	Presentación	Referencia
18 de diciembre, 2009	Lic. Dessy Garrido	El manual de la calibración para HORIBA D-54	Apéndice 3.9
12 de febrero, 2010	Lic. Ismenia Espino	El resultado de la curva de calibración y la prueba de repetitividad para el análisis de DQO	Apéndice 3.10
12 de febrero, 2010	Lic. Julia Pineda	El resultado de la prueba de repetitividad para el análisis de BOD	Apéndice 3.11
22 de febrero, 2010	Lic. Yahaira Espinosa	El resultado de la prueba de repetitividad para IC	Apéndice 3.12
14 de julio, 2010	Lic. Julia Pineda	El resultado de la auditoría interna preliminar	Apéndice 3.13
23 de julio, 2010	Lic. Jetzabel Escudero	El resumen de la operación de Hg analítico	Apéndice 3.14
23 de julio, 2010	Lic. Jetzabel Escudero	El resumen del procedimiento de análisis para Hg	Apéndice 3.15
23 de agosto, 2010	Lic. Ismenia Espino	La esquema del manual de la operación para multi-parámetro	Apéndice 3.16
23 de agosto, 2010	Lic. Ismenia Espino	El manual de la operación para multi-parámetro	Apéndice 3.17
27 de agosto, 2010	Lic. Jetzabel Escudero	La condición del funcionamiento en el campo y los problemas en multi-parámetro	Apéndice 3.18
3 de septiembre, 2010	Lic. Ana Raquel Tuñón	El esquema del procedimiento analítico y el resultado de la prueba de repetición para T-coli y F-coli (Analista: Lic. Ana Raquel Tuñón)	Apéndice 3.19
10 de septiembre, 2010	Lic. Dessy Garrido	El resultado de la prueba de repetición para T-coli y F-coli (Analista: Lic. Dessy Garrido)	Apéndice 3.20
9 de noviembre, 2010	Dr. Denise Delvalle	El conocimiento obtenido por el entrenamiento en Japón	Apéndice 3.21
15 de diciembre, 2010	Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy	El manual de la operación para multi-parámetro	Apéndice 3.22
24 de ene, 2011	Lic. Lizbeth del C. Brito Peña	La co-relación de TS, SS, DS, y EC en el río Santa María	Apéndice 3.23
24 de ene, 2011	Lic. Lizbeth del C. Brito Peña	El valor general de CE	Apéndice 3.24
4 de febrero, 2011	Lic. Tidiám Kale Santamaría	El resultado de la auditoría interna preliminar para el análisis de Hg	Apéndice 3.25
31 de mayo, 2011	Lic. Ana Raquel Tuñón	El resultado de la auditoría interna preliminar para análisis de coliforme	Apéndice 3.26
17 de junio, 2011	Lic. Olmedo Pérez Núñez	El procedimiento de la medición y la calculación para descarga del río	Apéndice 3.27
29 de noviembre, 2011	Lic. Janell Magué Cerceño	El resultado de la auditoría interna preliminar para el análisis de detergente	Apéndice 3.28
23 de mayo, 2012	Ing. Aristides Falcón	El resultado de la auditoría interna preliminar para el control de registro	Apéndice 3.29
10 de julio, 2012	Lic. Olmedo Pérez Núñez	El documento para la presentación del cálculo de la incertidumbre	Apéndice 3.30

## **CAPÍTULO 4 ACTIVIDADES DEL 5<sup>to</sup> AÑO FISCAL**

### **4.1 Las actividades en común dentro de los tres resultados**

#### **[D-1] Para llegar a un acuerdo entre los interesados sobre las actividades en este año fiscal**

Las actividades del mayo al septiembre de 2012 se explicaron y aprobaron en CT celebrado el 17 de mayo de 2012 (Véase el apéndice 4.1)

#### **[D-2] Preparación del informe final del proyecto y acuerdo entre los interesados del CCC**

El informe final del proyecto se resume en actividades desde noviembre de 2008 a septiembre de 2012. El CCC celebró en el 20 de septiembre de 2012. El informe final del proyecto se ha presentado en el CCC y ha sido aprobado.

### **4.2 Actividades para “Resultado 1: Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM”**

#### **[D-3] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM adquirirá el conocimiento sobre la metodología de muestreo y análisis relevante a los parámetros seleccionados**

##### (1) Análisis

###### 1) Detergente (SAAM (sustancias activas al azul de metileno))

La actividad (se mencionará más adelante) de la extracción de la incertidumbre se realizó a través de la medición real de SAAM, pero hace más de un año y medio, los participantes de Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magués Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy no han podido realizar el análisis de SAAM. Por lo tanto, se repasó el procedimiento de la medición de SAAM por el análisis real, para lo cual recordaron el procedimiento de análisis y recuperaron la misma situación de hace un año y medio que asistía la parte del experto.

###### 2) Aceite y grasa

Cuando Lic. Yahaira Espinosa y Lic. Lizbeth del C. Brito Peña realizaban el análisis de aceite y grasa en el 26 de junio de 2012, se dio el problema del filtro atascado. Se procede entonces a capacitarles en el método de limpieza y en el método de tomar medidas, y se recomendó repetir el análisis. El 27 de junio de 2012, cuando Lic. Yahaira Espinosa llevó a cabo el análisis de aceite y grasa, presentó el valor del resultado muy alto. Ella supuso que el error de análisis se ocurrió por entremeter con la sal. El análisis de aceite y grasa utiliza el método de extracción y refinación por hexano, por eso químicamente es poco posible de entremeter con la sal. Es por esto posible que fuera correcto el valor lo cual resultó muy alto anterior. Se explicó citando la observación, y se recomendó que en este caso, sea mejor repetir el análisis con la muestra diluida.

##### (2) Equipo de Análisis

###### 1) IC

En la parte de la bomba de IC se instalan la junta, el anillo tórico y el pistón. Estos accesorios son

artículos de consumo por lo tanto se necesitan remplazar. Verifique la fluctuación de la presión y el patrón de cromatografía para saber el tiempo para remplazar los accesorios. El 11 de julio de 2012, explicó para Licda. Julia Pineda con respecto a la verificación de remplazo y la manera de hacerlo a través del documento que se muestra en el Apéndice 4.2.

## 2) Baño maría

El 13 de junio de 2012, se explica sobre la operación del baño maría (Advantec TBM212AA). Este equipo se utiliza para las muestras que requieren un control delicado sobre la temperatura. Por ejemplo, Baño maría se puede utilizar para la medición de SD. Sin embargo, la capacidad de la electricidad y el ambiente alrededor del equipo no son satisfactorios para la utilización de baño maría. Por lo tanto, baño maría no ha utilizado. Por esta razón, solamente ha explicado el procedimiento delante de baño maría a través del documento que se muestra en el Apéndice 4.3. Los participantes eran Lic. Ana Raquel Tuñón, Lic. Olmedo Pérez Núñez, Lic. Janell Magué Cerceño, y Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy. Durante esta explicación había preguntas por los participantes sobre el método de armar, el método de drenaje, el método de la medición de SD y ¿cómo se verifica el interruptor de energía? Los participantes comprendieron las respuestas por las citadas preguntas.

## 3) Autoclave

El 13 de junio de 2012, explica sobre la operación de la autoclave (Yamato, SQ500). Este equipo se utiliza para pre-tratamiento de coriforme, NT, y la medición de FT. Con el fin de evitar la contaminación de las muestras para análisis de coriforme, se recomienda utilizar el análisis de coliforme exclusivamente, y el resto de los análisis utilizará otra autoclave. Por esta razón, la autoclave se adquirió. Sin embargo, la capacidad de energía y el ambiente alrededor del equipo no son satisfactorios para la utilización de la autoclave adquirida. Por esta razón, el procedimiento de la operación solamente hizo explicación delante de la autoclave a través de documentos adjuntos (Apéndice 4.4). Los participantes fueron Lic. Ana Raquel Tuñón, Lic. Olmedo Pérez Núñez, Lic. Janell Magué Cerceño, y Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy. Con el uso de otra autoclave en el Laboratorio de la Calidad Ambiental de ANAM, se conoce del procedimiento básico apropiadamente. Sobre todo, Lic. Ana Raquel Tuñón y Lic. Janell Magué Cerceño, lograron un buen conocimiento al estar utilizando autoclave diariamente. Ellas dieron respuestas apropiadas sobre las preguntas que hicieron por otros analistas.

### **4.3 Actividad para “Resultado 2: Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.”**

**[D-4] Provisión de asistencia técnica sobre la operación y mantenimiento adecuado para el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM por el SOP y el sistema de QA/QC que establecido dentro del marco del proyecto.**

#### (1) SOP

La asistencia técnica proporciona la preparación de SOP sobre la medición de hidrocarburo y aceite y grasa. Después de la discusión en el 28 de mayo y 5 de junio de 2012, se preparó SOP versión 2 de hidrocarburo y finalizaron por Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy. Después de la discusión del 23 y 28 de 2012, se preparó SOP versión 2 de aceite y grasa y se finalizó el 15 de junio de 2012 por Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy. La versión 1 de los dos parámetros son igual que el método estándar. Sin embargo, el trabajo diario no coincide exactamente con este método estándar por el equipo y el ambiente del análisis del

Laboratorio de la Calidad Ambiental de ANAM. Se modifica la versión 2 a través del trabajo actual en el laboratorio. Sin embargo, en el versión 2 no cambia el principio básico del método estándar. A través de estas preparaciones se llevan a cabo 24 parámetros de SOP seleccionado (véase Apéndice 4.1).

(2) Calculo de incertidumbre

La asistencia técnica para el cálculo de incertidumbre se llevó a cabo como se indica en la tabla 4.1.

Tabla 4.1 Asistencia para la calculación de la incertidumbre

Contenido	Fecha	Participante
1. La ley de la propagación de errores	5 de junio de 2012	5 personas (Lic. Julia, Lic. Ana Tuñón, Lic. Olmedo, Lic. Janell, Lic. Dionis (Renuncia en septiembre de 2012))
2. Extracción de los factores de la incertidumbre sobre la medición de SAAM	11,12,14 de junio de 2012	3 personas (Lic. Olmedo, Lic. Janell, Lic. Dionis (Renuncia en septiembre de 2012))
3. Calculación de la incertidumbre de estándar relativa I	21 de junio de 2012	3 personas (Lic. Olmedo, Lic. Janell, Lic. Dionis (Renuncia en septiembre de 2012))
4. Calculación de la incertidumbre de estándar relativa II	2 de julio de 2012	6 personas (Lic. Falcón, Lic. Julia, Lic. Ana Tuñón, Lic. Olmedo, Lic. Janell, Lic. Lizbeth (Renuncia en agosto de 2012))
5. Integración de la incertidumbre estándar relativa	2 de julio de 2012	6 personas (Lic. Falcón, Lic. Julia, Lic. Ana Tuñón, Lic. Olmedo, Lic. Janell, Lic. Lizbeth (Renuncia en agosto de 2012))
6. Presentación del cálculo de incertidumbre por C/P	10 de julio de 2012	7 personas (Lic. Falcón, Lic. Julia, Lic. Ana Tuñón, Lic. Olmedo, Lic. Janell, Lic. Dionis (Renuncia en septiembre de 2012), Lic. Lizbeth (Renuncia en agosto de 2012))

1) La ley de la propagación de errores

La ley de la propagación de errores es indispensable para calcular integración de los errores en incertidumbre. Antes de celebrar el seminario, los participantes no comprendían correctamente sobre integración de errores. En el seminario, se explicó los siguientes y los detalles se muestran en el Apéndice 4.5.

- Concepto de la ley de la propagación de errores
- Cálculo de adición y sustracción en la ley de la propagación de errores

- Práctica sobre el cálculo de adición y sustracción
- Cálculo de multiplicación y división de la ley de la propagación de errores
- Práctica sobre el cálculo de multiplicación y división

El final del seminario, se entregó la tarea y el cuestionario a los participantes y se recogen el 6 de junio de 2012 (véase Apéndice 4.6). Apéndice 4.7 es resumen de los documentos recopilados. A través de las tareas, todos los participantes podían responder correctamente. Sin embargo, excepto Lic. Julia Pineda, todos los técnicos contestaron “No” sobre la pregunta de “¿Entendió sobre la ley de la propagación de errores?” por las siguientes razones;

- a) Podía comprender cómo se calcula, pero no pudo comprender cómo se aplica la ley a la calculación de la incertidumbre.
- b) Podía comprender cómo se calcula, pero no pudo comprender el principio de la ley.

Por dicha razón explicó que artículo a) se explicará en el siguiente entrenamiento. Con respecto a artículo b), omitió en el seminario porque para entender este cálculo requiere conocimiento nivel alto de matemática. Además explicó que objeto del seminario, no es para entender el principio de la ley, sino para poder sumar los errores utilizando la ley de la propagación de errores. Después de eso, todos los participantes contestaron haber comprendido sobre el tema del seminario recibido.

## 2) Extracción de los factores de la incertidumbre sobre la medición de SAAM

La extracción de los factores de la incertidumbre sobre la medición de SAAM se realizó a través del seminario y práctica actual. En el seminario realizó a través del documento que muestra en el Apéndice 4.8. El resumen del seminario son los siguientes;

- Revisión de la ley de la propagación de errores
- Cálculo de la incertidumbre con la solución de cloruro de sodio por la ley de la propagación de errores
- Explicación del procedimiento de la medición sobre SAAM
- Método de la extracción de los factores de la incertidumbre

En el último seminario, había el comentario de que “no entiende cómo se aplica la ley a la calculación de la incertidumbre”. En este seminario, la incertidumbre se ha explicado a través de practicar el cálculo con el objeto del factor de la incertidumbre del error del peso sobre cloruro de sodio y el error constante del volumen sobre frasco de volumétrico. En consecuencia, los participantes comprendieron que el principio es muy simple. Además los participantes comprendieron la relación entre la incertidumbre y la ley de la propagación de errores. Para extraer los factores de la incertidumbre les explicó sobre el procedimiento de la medición de SAAM. Luego, los participantes extrajeron los factores de la incertidumbre de la medición de SAAM (véase Apéndice 4.9). Basado en el contenido de los factores de extracción por cada participante, discutieron sobre la extracción de los factores apropiados entre los participantes. A través de la discusión, todos los participantes comprendieron.

El siguiente paso explica sobre el conocimiento de la tolerancia para el cálculo de incertidumbre, utilizando los factores de errores que se extrajeron. Apéndice 4.10 se muestra el material que utilizó en la explicación.

- La recopilación y reordenamiento de los factores de errores
- Tolerancia del frasco del volumétrico
- Tolerancia del cilindro del volumétrico
- Tolerancia de otros equipos para la distribución de la solución
- Tolerancia y el tipo de micro pipeta
- El tipo de incertidumbre
- Ejemplo del cálculo de la incertidumbre en el Tipo A y Tipo B

Algunos de los participantes comprendieron el tema parcialmente. Sin embargo, nadie comprendió por completo. Después del seminario, se entregó a ellos las tareas para el cálculo de la incertidumbre estándar y la incertidumbre estándar relativa sobre la dilución de la solución estándar la cual fue extraer los factores de errores sobre la medición de SAAM. Apéndice 4.11 se presenta la respuesta de cada participante. En consecuencia, solamente Lic. Olmedo Pérez Núñez respondió todo correcto. Sin embargo, otros participantes han usado formulario, e insertaron los datos correctos. Estos puede decir que ellos comprendieron conocimientos base del seminario. El cuestionario que adjunta a la tarea, lo cual tenía la pregunta de “¿comprende el seminario?”. Dos de los participantes respondieron “Sí” y uno de los participantes no respondió “Sí” ni “No”.

### 3) El seminario sobre la calculación de la incertidumbre estándar relativa I

La asistencia técnica se llevó a cabo en el 11 y 12 de junio de 2012 sobre el valor de la incertidumbre estándar relativa para cada factor del error extraído por el entrenamiento anterior. En el seminario se explicó utilizando documentos adjuntos (Apéndice 4.12 y 4.13). El resumen del seminario sigue a continuación;

- La calculación de la incertidumbre estándar relativa sobre el error de la dilución (la explicación de la tarea anterior).
- La calculación de la incertidumbre estándar relativa en la prueba del blanco del espectrofotómetro.
- El cálculo de la incertidumbre estándar relativa por la prueba de la repetitividad.
- La calculación de la incertidumbre estándar relativa de la temperatura.

Existen dos tipos de incertidumbre tipo A y tipo B. El tipo A es la incertidumbre obtenido por la medición. Por ejemplo, cuando realiza la medición de repetitividad utilizando la misma muestra por el espectrofotómetro, no resultan los mismos valores de la medición de la repetitividad. Esta incertidumbre se clasifica como tipo A. Por otra parte, tipo B es la incertidumbre indicado en el aparato o en el equipo como el cilindro del volumétrico. En el seminario, se explica acerca de la incertidumbre tipo A. El entrenamiento del cálculo real fue apoyado por la hoja de cálculo automático distribuido de Excel (véase Apéndice 4.13). Cuando se calcula la incertidumbre estándar relativa, se debe seleccionar la hoja correcta del elemento correspondiente. La asistencia técnica también incluyó cómo seleccionar la hoja de Excel correctamente para aplicar La calculación correspondiente.

### 4) El seminario sobre la calculación de la incertidumbre estándar relativa II

Este seminario se realizó a continuación del citado seminario (Artículo 3) El seminario sobre la calculación de la incertidumbre estándar relativa I) que ilustró sobre la manera de obtener los valores de la incertidumbre estándar relativa y el seminario realizó a través de documentos adjuntos (Apéndice 4.14) para explicar dicha incertidumbre. El contenido del seminario sigue a continuación;

- El cálculo de la incertidumbre estándar relativa para la curva de calibración.
- El resumen del método de mínimos cuadrados.
- El resumen del método de análisis regresivo.
- La manera de utilización de la hoja de cálculo de Excel para la incertidumbre estándar relativa de la curva de calibración.
- La certificación de la solución estándar.
- El cálculo de la incertidumbre estándar relativa para la solución estándar.
- El cálculo de la incertidumbre estándar relativa sobre la balanza electrónica.
- La presentación de la hoja de cálculo lo cual hecho a través de IDB.

Para calcular la incertidumbre estándar relativa sobre la curva de calibración, existe el método de mínimo cuadrados y análisis regresivo los cuales son los métodos indispensables del procesamiento de la estadística. Se explicó dicho método para calcular la incertidumbre utilizando Excel. Lic. Olmedo Pérez Núñez y Lic. Janell Magué Cerceño comprendieron con facilidad porque han recibido todas las asistencias técnicas sobre el cálculo de incertidumbre en este año. Por otro lado, algunos C/P estaban un poco confundido sobre el contenido parcial. Por lo tanto, Lic. Olmedo Pérez Núñez y Lic. Janell Magué Cerceño lo explicaron para que se entendiese sin dificultad.

#### 5) La integración de la incertidumbre estándar relativa

El 19 de junio y 2 de julio de 2012, se lleva a cabo el seminario sobre el método del cálculo de la incertidumbre estándar expandida y la incertidumbre estándar después de integrar la incertidumbre estándar relativa por “la ley de la propagación de errores”. En el seminario se utilizó el documento que muestra el Apéndice 4.15.

- Reconfirmación de los factores de errores.
- Sobre la hoja de cálculo.
- La manera de preparar la hoja de cálculo.
- La manera de escritura sobre la incertidumbre.
- El esquema de característica de factor.
- La manera de preparar el esquema de característica de factor.
- El sumario del cálculo de la incertidumbre.

Por lo general, cuando extrae los factores de errores, se usa el esquema de la característica del factor. Sin embargo, en el seminario y en la práctica que hicieron hasta ahora, utilizaba escrito directo al diagrama de flujo de análisis por el esquema de la característica del factor. Porque cuando utiliza el esquema de característica del factor, es difícil de verificar la cantidad de la aparición de error. Se abordó dicha razón en el seminario y dejó la definición a C/P que ¿cuál método seleccionaría en el futuro?.

#### 6) La presentación sobre el cálculo de incertidumbre por el C/P

La presentación se lleva a cabo el 10 de julio de 2012 por Lic. Olmedo Pérez Núñez la cual presentó el conocimiento de la incertidumbre obtenido hasta ahora. El objetivo de la presentación es verificar su entendimiento y compartir el conocimiento obtenido con otros técnicos. En la presentación se utilizó el documento que muestra el Apéndice 4.30 y verificó el conocimiento del Lic. Olmedo Pérez Núñez por el contenido de la presentación. Por otro lado, la manera de explicación también era adecuada. Lic. Ana Raquel Tuñón preguntó “¿Por qué no se utilizó el esquema de la característica del factor para extraer los



factores de errores?”. Para esta pregunta, Lic. Olmedo Pérez Núñez explicó lógicamente entre ventaja y desventaja las cuales contienen dentro del esquema de la característica del factor y el diagrama de flujo de análisis. Lic. Ana Raquel Tuñón quedó satisfecha por la por la explicación.

(3) Práctica de auditoría interna para la supervisión del sistema de QA/QC al personal de DIPROCA.

Desde el 15 de mayo a 18 de 2012, se implementa, por asistencia técnica, el tema de auditoría interna preliminar del control de registro. Los participantes fueron seleccionados uno de miembro de DIPROCA (no es miembro de Laboratorio de ANAM) y jefe de laboratorio quienes están encargados del control de la calidad del laboratorio. Primero JET explicó que i) objetivo de auditoría interna y sistema de gestión de laboratorio que está basando en ISO17025, y ii) metodología de esta práctica de auditoría interna por los participantes. Después, JET preparó el primer borrador de la hoja de verificación del control de registro y finalizó la hoja de verificación entre JET y jefe de laboratorio. El 18 de mayo de 2012, la práctica de auditoría interna ha concluido como se indica a continuación.

- Elemento de objetivo      Control de registro basando en ISO17025
- Auditor                      Lic. Marcia González, Departamento de Adecuación y Manejo Ambiental  
DIPROCA
- Auditado                     Ing. Arístides Falcón
- Observador(asesor)      Sr. Tsuyoshi Ito (JET)

En el 23 de mayo de 2012, fue celebrado CT y Ing. Falcón explicó sobre resultado de este auditoría interna. (Véase apéndice 3.29)

Principales resultado de esta práctica de auditoría interna son los siguientes;

- Cada número de identificación propia de registro del plan de monitoreo y registro de la medición del campo, han escrito. Pero número de identificación en registro de la medición del campo no se proporcionó en el registro de plan de monitoreo (Conformidad: C).
- Cada número de identificación propia de registro de resultado de análisis y registro de la medición del campo han escritos. Sin embargo, número de identificación de registro de la medición del campo no se proporcionó en el registro de resultado de análisis (Conformidad: C).
- Corrección del valor en el registro de resultado de análisis no se ha borrado con la claridad ni manera apropiado, y no fue firmado por el persona que hizo la corrección.(No conformidad leve)

Hay nueve (9) miembros del laboratorio de la calidad ambiental (Ing. Arístides Falcón, Lic. Julia Pineda, Lic. Yahaira Espinoza, Lic. Olmedo Pérez Núñez, Lic. Tidiam Kale Santamaría, Lic. Ana Raquel Tuñón, Lic. Dionis Alejandro Díaz, Lic. Lizbeth del C. Brito Peña, and Lic. Janell Magué Cerceño) y un personal de DIPROCA (fuera de laboratorio de calidad ambiental) quienes se comprendieron los objetivos de auditoría interna basando en ISO17025 y sistema de QA/QC por lo tanto se llevó a cabo la auditoría interna sustancialmente.

#### **4.4 Actividad para “Resultado 3: Fortalecer la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar conocimientos e información con base científica relacionados con el proceso del monitoreo ambiental.**

##### **[D-5] La provisión del dato por Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para la evaluación de la calidad del agua actual y las normas de efluente**

El 2 de julio de 2012 realizó el seminario de la norma de descarga de aguas residuales en Costa Rica, Colombia y Panamá para los participantes de Lic. Arístides Falcón, Lic. Julia Pineda, Lic. Ana Raquel Tuñón, Lic. Olmedo Pérez Núñez, Lic. Janell Magué Cerceño, Lic. Lizbeth del C. Brito Peña utilizando el documento que menciona en el Apéndice 4.16. Estos tres países están similares en la parte de establecimiento de criterio lo cual está dependiendo de los actividades de industriales. Pero se explicó que existen diferentes partes como el valor de criterio y el parámetro definido. A través de Lic. Julia pineda, la norma de Panamá consulta a la norma de Chile. El estudio de la condición de cumplir la norma de la calidad del agua en el río es un factor importante de estudio para realizar el estudio de la norma de descarga. El C/P comprendió esta explicación. Actualmente Panamá está en el proceso de establecer la norma de la calidad del agua del río. Por lo tanto explicó que es importante que establezca la norma de la calidad del agua y igualmente comprendió el C/P.

##### **[D-6] Se brinda asistencia técnica al personal de Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM sobre preparación de los informes relacionados con la calidad de agua con base del conocimiento científico.**

El 2 de julio de 2012 explicó a los participantes de Lic. Arístides Falcón, Lic. Julia Pineda, Lic. Ana Raquel Tuñón, Lic. Olmedo Pérez Núñez, Lic. Janell Magué Cerceño, Lic. Lizbeth del C. Brito Peña sobre el plan de monitoreo sobre la calidad del agua en la cuenca río La Villa (véase Apéndice 3.2). En ese momento explicó que se puede facilitar la comprensión de serie de tiempo global del río por preparar los gráficos basados en los datos anteriores de la calidad de agua y cada temporada. Entonces puede obtener la información importante para hacer el estudio de dirección de investigación y se puede evaluar el valor de análisis que si está valor normal o anormal. También se puede suponer el parámetro de material contaminante de enfocar el lugar específico por esquematizar el lugar de ubicación de la porqueriza e industrias las cuales están incluidos en el plan. Luego, explicó que a través de esta aproximación se puede planificar concretamente sobre medidas y se puede preparar el informe científico. Por otro lado, en el futuro, hay posibilidad de que se dé la extracción minera en la cuenca la Villa. En este caso habría que realizar un nuevo monitoreo de la calidad de agua que ha descrito el plan de monitoreo de la calidad del agua. El Ing. Arístides Falcón explicó la información para compartir con otros técnicos.

## CAPÍTULO 5 ACTIVIDAD BASADA EN PO Y LOGROS

### 5.1 Logros de la "Meta superior del Proyecto" y el "Objetivo del Proyecto"

La siguiente tabla muestra la "Meta superior del proyecto" y el "Objetivo del Proyecto".

Tabla 5.1 Expectativa del logro de la "Meta superior del Proyecto"

<p>[Meta superior del proyecto]</p> <p><b>Se fortalecerá la capacidad de gestión sobre el cumplimiento de las normas de calidad ambiental de aguas superficiales y residuales en la República de Panamá.</b></p>
<p><b>Indicador 1</b></p> <p>El personal del Laboratorio de la Calidad Ambiental de ANAM está calificado para llevar a cabo el muestreo de la calidad del agua.</p>
<p><b>Expectativa de logro</b></p> <p>La asistencia técnica sobre el muestreo de la calidad del agua se llevó a cabo en el laboratorio y en el campo durante el período del proyecto. Es muy expectativa para alcanzar el indicador 1 para el personal del Laboratorio de la Calidad Ambiental del ANAM y que contribuye a tener la capacidad adecuada sobre muestreo de la calidad del agua.</p> <p>Technical assistance on water quality sampling was conducted at the laboratory and sampling site in the project period. It is highly prospected to achieve the indicator 1 as ANAM Environmental Quality Laboratory Personnel tends to have an appropriate capacity of water quality sampling.</p>
<p><b>Indicador 2</b></p> <p>. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el análisis de la calidad de agua.</p>
<p><b>Expectativa de logro</b></p> <p>La asistencia técnica sobre el análisis de la calidad de agua y control de calidad se llevó a cabo en el período del proyecto. Es una expectativa alcanzar el indicador 2 por el personal del Laboratorio de la Calidad Ambiental del ANAM y que contribuye a tener capacidad adecuada sobre análisis de la calidad del agua.</p> <p>Technical assistance on water quality analysis and quality control was conducted in the project period. It is highly prospected to achieve the indicator 2 as ANAM Environmental Quality Laboratory Personnel tends to have an appropriate capacity of water quality analysis.</p>
<p><b>Indicador 3</b></p> <p>Se expande el área monitoreada por el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p>
<p><b>Expectativa de logro</b></p> <p>Se incrementó el monitoreo de la descarga del agua de industriales en el período del proyecto. Ha preparado el plan de monitoreo de la calidad de agua sobre la cuenca del río La Villa. Se considera que el indicador 3 se ha logrado.</p>

Tabla 5.2 Expectativa del logro del “Objetivo del proyecto”

[Objetivo del proyecto] <b>El Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM pueda proporcionar información confiable a través de la implementación de un sistema de aseguramiento y control de la calidad (QA/QC) que sirva para contribuir al fortalecimiento de la gestión ambiental de la ANAM</b>
<b>Indicador 1</b> Al menos veinte (20) parámetros con la técnica de análisis establecidos.
<b>Resultado</b> Los 24 parámetros de SOP han preparado en el período del proyecto. El indicador 1 ha sido logrado.
<b>Indicador 2</b> Capacidad de proveer datos de calidad de agua en base al procedimiento de QA/QC establecidos para 20 parámetros.
<b>Resultado</b> Los 24 parámetros de SOP han preparado en el período del proyecto. Además, se mejoró el sistema de QA / QC por la asistencia técnica sobre el control de calidad. El indicador 2 se ha logrado.
<b>Indicador 3</b> Cuatro reportes científicos sobre la calidad de agua para gestión ambiental, con análisis de datos de monitoreo, publicado.
<b>Resultado</b> El informe interno de ANAM consiste los datos de monitoreo que fue preparado y revisado con el recurso de fortalecimiento científico por la asistencia técnica en el período del proyecto. El indicador 3 se ha logrado.

## 5.2 Logros y actividades basadas en el PO

Las actividades y los logros que basada en PO, ha descrito a continuación. Además, el logro de cada actividad y participantes de C/P se resumen en la Tabla 5.3.

### 5.2.1 El logro de "Resultado 1: Se incrementa la capacidad técnica de muestreo y análisis de laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM."

[1-1] Se realiza el diagnóstico sobre las técnicas de análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.

El estudio de la línea base se llevó a cabo con respecto a las políticas, la legislación vigente, el equipo de análisis, los parámetros del monitoreo, las condiciones del empleo del personal vinculado con el Laboratorio de la Calidad Ambiental de la ANAM. Además, se entrevistó a cada uno de C/P respecto a la experiencia en el análisis de los parámetros seleccionados en [1-2], incluyendo el control de calidad. Este resultado fue útil para entender la línea base al inicio de la asistencia técnica. Es así como se logra esta actividad.

[1-2] Se seleccionan los parámetros de análisis necesarios para la gestión ambiental de ANAM.

Como parámetro de análisis para la asistencia, se seleccionaron los 20 con la consideración de la norma de descarga, la estrategia ambiental del gobierno de Panamá, y las fuentes actuales de contaminación. En el

tercer año del proyecto, se añadieron 4 parámetros con el fin de satisfacer las nuevas actividades y las perspectivas futuras del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM. La tabla 3.2 se muestra los 24 parámetros seleccionados. La selección se hizo con el procedimiento de i) la discusión y aprobación en TC, y ii) la discusión y aprobación en CCC. Es de esta manera que se logró esta actividad.

[1-3] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere el conocimiento teórico de las técnicas de muestreo y análisis sobre los parámetros seleccionados.

En cuanto a la técnica de muestreo, la asistencia técnica se llevó a cabo con la utilización de la botella de goteo y la revisión del manual de muestreo. Además, se llevó a cabo el entrenamiento de la utilización y el mantenimiento sobre el equipo de múlti-parámetro. En cuanto a la técnica de análisis, se llevó a cabo la asistencia técnica para los 24 parámetros seleccionados. Así, se logró esta actividad.

[1-4] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM realiza el entrenamiento práctico en las técnicas de muestreo y análisis sobre los parámetros seleccionados.

La asistencia técnica sobre la técnica de muestreo se llevó a cabo para i) la utilización del equipo de múlti-parámetro en el campo, ii) evitar errores durante tomando los datos en el campo, y iii) la medición del flujo del agua en el río. Además, la asistencia técnica sobre la técnica de análisis se llevó a cabo para i) el análisis de muestras ambientales del río y descarga de agua de industriales, y ii) la prueba de repetición sobre 22 parámetros para la obtención del nivel del análisis y para encontrar la mejora necesaria. Así, se logró esta actividad.

## **5.2.2 El logro de "Resultado 2: Se mejora el sistema de aseguramiento y control de calidad (QA/QC) implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM."**

[2-1] Se realiza el diagnóstico sobre los procedimientos estandarizados de operación (SOPs) disponibles para los procesos de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.

El SOP ha sido elaborado por el proyecto anterior de Fase I la cual ha ejecutado con anterioridad a este proyecto. Algunos miembros del laboratorio recordaron sobre la preparación de SOP. Sin embargo, no recordaron la ubicación de la SOP. Cuando el procedimiento de análisis fue revisado, el personal de laboratorio leía el Método Estándar para realizar análisis en los inicios del proyecto. Así, se logró esta actividad.

[2-2] Se realiza el diagnóstico sobre la capacidad de la elaboración de SOPs del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.

Como se mencionó anteriormente, SOP no se encontró en el laboratorio. Por lo tanto, la capacidad de la preparación de SOP no puede ser evaluada. Sin embargo, a través de la actividad de [2-3], se observó que la preparación de la diagrama del flujo no es sus fuerte. Así, se logró esta actividad.

[2-3] Se planifica la elaboración de SOPs conforme a los resultados de 2-1 y 2-2.

A través de la discusión con C/P, fue planeada sobre cada parámetro de SOP para preparar el año fiscal cuando la asistencia técnica cumplía el parámetro correspondiente. Así, se logró esta actividad.

[2-4] Se adquiere los conocimientos sobre la metodología de calibración para los procesos de muestreo y análisis por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.

La asistencia técnica sobre la técnica de muestreo se llevó a cabo por métodos de calibración de pH/EC metro y el equipo de multi-parámetro con la utilización de la solución estándar y el remplazo de los sensores. Además, la asistencia técnica sobre la técnica de análisis se llevó a cabo para la preparación de las curvas de calibración y el remplazo de elementos consumibles para el analizador de Hg e IC. Así, se logró esta actividad.

[2-5] Se adquiere los conocimientos relacionados a SOPs, incluyendo el análisis de incertidumbre para los procesos de muestreo y análisis por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.

El Laboratorio de Calidad Ambiental del ANAM aplica los métodos estándar para el procedimiento de análisis. El SOP que preparado con la asistencia del BID fue descrita principalmente por texto. Se utilizaron pocas figuras y diagramas del flujo. En Japón ampliamente aplicada sobre el diagrama del flujo del procedimiento del análisis. Se introdujo la ventaja de este diagrama del flujo. En cuanto a cálculo de la incertidumbre, el concepto fue explicado en el seminario. A continuación, el proceso del cálculo se explicó para el análisis de pH, CE, ST, aceite y grasa, y DBO. Además, el seminario y/o prácticos de capacitación se llevó a cabo para i) la ley de la propagación de errores, ii) la extracción de los factores de incertidumbre en la medición MBAS, iii) el cálculo de la incertidumbre estándar relativa, y iv) la integración de la incertidumbre estándar relativa. Así, se logró esta actividad.

[2-6] Se elaboran los SOPs de los procesos de muestreo y análisis por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.

Los SOP han preparado para los 24 parámetros seleccionados. No obstante, los 7 parámetros (ST, SS, DQO, DBO, T-Coli, F-Coli, Aceite y Grasa) de los 24 parámetros de SOP fueron preparados por la asistencia del BID. El SOP se preparó el concepto básico de los métodos estándar, pero modificando el equipo y aparato aplicable al laboratorio. Así, se logró esta actividad.

[2-7] Se adquieren los conocimientos sobre el sistema de QA/QC por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.

Se dio el seminario sobre el resumen del sistema de QA/QC aplicable a la gestión de laboratorio. Además, se le dio la asistencia técnica sobre la incertidumbre a través de análisis [2-5], el procedimiento de análisis a través de [2-6] y [2-10], y el control de registros técnicos a través de [2-9]. Así, se logró esta actividad.

[2-8] Mejorar el sistema de QA/QC por el personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.

El sistema de QA/QC fue mejorado por i) la implementación de [2-7] repetidamente, ii) la revisión del manual para el procedimiento de control de calidad, y iii) informar a la actividad de i) y ii) al personal de laboratorio que no estaban participando en la actividad de i) y ii). Así, se logró esta actividad.

[2-9] Se capacita al personal del Laboratorio de la Calidad Ambiental de la ANAM como auditor interno para la supervisión del sistema QA/QC.

El entrenamiento de la auditoría interna se llevó a cabo sobre IC, Hg, coliformes y análisis de detergente y un control de los registros. En este entrenamiento, miembro de DIPROCA incluyendo el personal de laboratorio implementado la auditoría interna como auditor y el auditado. Como resultado, los 10 miembros de DIPROCA fueron entrenados como auditor interno. Así, se logró esta actividad.

[2-10] Se opera el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM basado en el sistema de SOPs y QA/QC establecido.

Esta actividad se llevó a cabo con la auditoría interna de control de registro técnico y la discusión continua con el personal del laboratorio. El manual, el procedimiento, el documento, y los registros técnicos del sistema de QA / QC se prepararon por la ISO 17025. Sin embargo, la acción correctiva no se llevó a cabo como se ha mencionado por el procedimiento. La capacitación fue dada a revisar el procedimiento de acciones correctivas con la consideración de la falta de personal en el laboratorio. Así, se logró esta actividad.

### **5.2.3 El logro de "Resultado 3: Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar los conocimientos e informaciones científicas relacionados con el proceso del monitoreo ambiental."**

[3-1] La selección del modelo piloto del área de la cuenca para el monitoreo de la calidad de agua

La cuenca del río La Villa fue seleccionada como modelo piloto a través de la discusión con C/P. La razón de la selección fue que i) La cuenca del río La Villa fue seleccionada en el razón de una de las 10 cuencas prioritarias en Panamá, ii) hubo una gran variedad de fuentes de contaminación, iii) el agua del río es una fuente muy importante que se utiliza para el agua abastecimiento, la agricultura y las industrias, y iv) la región ha contribuido enormemente la economía de Panamá. Así, se logró esta actividad.

[3-2] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere los conocimientos acerca de los parámetros de análisis y la metodología de muestreo de acuerdo con las actividades industriales.

Se le dio el seminario sobre mecanismo del tratamiento del sistema de laguna que instalado en las porquerizas. A través de este seminario, C/P pueda obtener el conocimiento del tratamiento adecuado y el impacto de la contaminación por el desbordamiento de la laguna. Además, se les dio el seminario sobre la utilización de Hg y el cianuro en la mina de oro. A través de este seminario, C/P pueda obtener el conocimiento sobre la toxicidad del mercurio y el comportamiento de cianuro por el pH. Por otra parte, la preservación de las muestras tomadas en la mina de oro fue parte del entrenamiento. Hasta ese momento, las botellas de plástico se han utilizado para la preservación de las muestras. Sin embargo, lo conoce que se adhiere inorgánico de mercurio a la superficie del plástico. Como resultado, la sensibilidad de detección de Hg disminuye. El método de la preservación fue mejorada por el remplazo del tipo de

contenedor de plástico al vidrio. Así, esta actividad se logró.

[3-3] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere los conocimientos sobre la estimación de origen de las fuentes de contaminación relacionadas a la anomalía de calidad de agua, mediante el estudio de casos.

En la cuenca del río La Villa, industrias, porqueriza, sitios de desechos de sólidos, y los mataderos son considerados como principales fuentes de la contaminación. Estos lugares fueron registrados al GIS. El mapa de GIS podría ayudar a la observación visible para la ubicación y la distancia de las fuentes de contaminación de los ríos. Como resultado, se observa fácilmente para los lugares potenciales donde las descargas de contaminantes y da un impacto negativo. Además, la asistencia técnica fue dada acerca de la metodología en la identificación de la calidad del agua anormal o error de la medición por correlación de parámetro de calidad del agua. Esta metodología se aplica la correlación de ST y SS + SD y SD y CE. Por otra parte, se entrena además en la elaboración de gráficos de tablas dinámicas que existen las funciones de Excel. El gráfico puede ayudar a la comprensión de la tendencia de la calidad del agua estacional e histórica. De la gráfica, se puede imaginar fácilmente que si los datos de medición son normales o no. Así, esta actividad se logró.

[3-4] El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere los conocimientos sobre la dispersión y dinámica de los contaminantes en el entorno hídrico.

La conferencia fue dada i) cómo se calcula sobre la calidad del agua del río cuando se mezcla con efluentes, y ii) el concepto y el cálculo del río auto-purificación. Especialmente, el conocimiento necesario en el establecimiento de estándar de descarga sobre el cálculo de la calidad del agua diluido por el efluente. En cuanto a la auto-purificación, el principal impacto es el transcurso del tiempo. Por lo tanto, la velocidad del flujo del río da el impacto en la variación de la calidad del agua. Este conocimiento fue obtenido. Así, se logró esta actividad.

[3-5] El Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM elabora el plan de monitoreo de la calidad del agua, teniendo en cuenta la situación del uso de agua y fuentes de contaminación.

Los varios mapas se prepararon con indicación de distribución de la población, la ubicación de industrias, porqueriza, mataderos, y los puntos de monitoreo existentes, patrón de uso de la tierra y el potencial de erosión. Además, se prepararon los gráficos de tendencia de la calidad del agua histórico y estacional. Con base en estos mapas y gráficos, fue preparado el plan del monitoreo de la calidad del agua que consiste los parámetros de análisis futuros, las estaciones de monitoreo, la frecuencia de análisis. Así, se logró esta actividad.

[3-6] El Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM proporciona los datos para la evaluación de las normas de la calidad del agua vigentes y aguas residuales vigentes.

La conferencia se dio a C/P sobre la comparación de estándares de efluentes en Japón, Reino Unido, Florida de EE.UU., Brasil. En la conferencia, se explicó el concepto de los estándares de calidad del agua, la definición de los valores estándar (máximo, mínimo percentil, etc.), y los valores estándar. En Panamá, la norma de la calidad del agua del río no se ha establecido todavía. La calidad del agua del río está evaluando por el índice de calidad del agua (ICA). Sin embargo, la ANAM y otras autoridades han



procedido para establecer la calidad del agua del río. Por lo tanto, esta asistencia fue muy eficaz para C/P. Además, se dio un seminario sobre la norma de la descarga de Panamá, Japón, Costa Rica y Colombia. Estas normas son establecidas por el tipo de industrias. Además, la norma de Japón regula más tipos de detalle como las ubicaciones de descarga y el tipo de procesos de tratamiento. Estos también se explicaron. Así, se logró esta actividad.

Tabla 5.3 Resultado de actividades y participantes de C/P

Resultado 1: Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM

Acutividades	Plan / Resultado	Año / Mes															Experto	Encargado de C/P		
		2008		2009				2010				2011				2012				
		11	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3			6	9
1-1: Se realiza el diagnóstico sobre las técnicas de análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.	Plan	•••																	Sato Matsui Hashimoto	Ing. Aristides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñón Lic. Eduviges Núñez (Dejó su trabajo en Jun 2010) Lic. Roberto Rey (Dejó su trabajo en Jun 2010) Lic. Ismenia Espino (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. Dessy Garrido (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. José Ortega (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. Alexis Amor (Dejó su trabajo en Jun 2009) Lic. Julio Arosemena (Dejó su trabajo en Oct 2009)
	Resultado	••••••••••••••••••••																		
1-2: Se seleccionan los parámetros de análisis necesarios para la gestión ambiental de ANAM.	Plan	•••																	Hosono Sato Mizuno Matsui	Ing. Aristides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñón Dr. Belgis Chial (Dejó su trabajo en Jun 2009) Lic. Eduviges Núñez (Dejó su trabajo en Jun 2010) Lic. Roberto Rey (Dejó su trabajo en Jun 2010) Lic. Ismenia Espino (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. Dessy Garrido (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. José Ortega (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. Alexis Amor (Dejó su trabajo en Jun 2009) Lic. Julio Arosemena (Dejó su trabajo en Oct 2009)
	Resultado	•••																		



Resultado 2: Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM

Actividades	Plan / Resultado	Año / Mes															Experto	Encargado de C/P		
		2008		2009				2010				2011				2012				
		11	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3			6	9
2-1: Se realiza el diagnóstico sobre los procedimientos estandarizados de operación (SOPs) disponibles para los procesos de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.	Plan	■	■																Muzuno Matsui	Ing. Aristides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñón Dr. Belgis Chial (Dejó su trabajo en junio de 2009) Lic. Eduviges Núñez (Dejó su trabajo en junio de 2010) Lic. Roberto Rey (Dejó su trabajo en junio de 2010) Lic. Ismenia Espino (Dejó su trabajo en octubre de 2010) Lic. Dessy Garrido (Dejó su trabajo en octubre de 2010) Lic. José Ortega (Dejó su trabajo en octubre de 2010) Lic. Alexis Amor (Dejó su trabajo en junio de 2009) Lic. Julio Arosemena (Dejó su trabajo en octubre de 2009)
	Resultado	■	■	■	■															
2-2: Se realiza el diagnóstico sobre la capacidad de la elaboración de SOPs del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM.	Plan		■	■															Muzuno Matsui	Ing. Aristides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñón Dr. Belgis Chial (Dejó su trabajo en junio de 2009) Lic. Eduviges Núñez (Dejó su trabajo en junio de 2010) Lic. Roberto Rey (Dejó su trabajo en junio de 2010) Lic. Ismenia Espino (Dejó su trabajo en octubre de 2010) Lic. Dessy Garrido (Dejó su trabajo en octubre de 2010) Lic. José Ortega (Dejó su trabajo en octubre de 2010) Lic. Alexis Amor (Dejó su trabajo en junio de 2009) Lic. Julio Arosemena (Dejó su trabajo en octubre de 2009)
	Resultado		■	■																







Resultado 3: Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar los conocimientos e informaciones científicas relacionados con el proceso del monitoreo ambiental

Acutividades	Plan / Resultado	Año / Mes															Experto	Encargado de C/P		
		2008		2009				2010				2011				2012				
		11	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3			6	9
3-1: Se seleccionan cuencas hídras piloto para el monitoreo de calidad de agua.	Plan			•															Hosono Sato Mizuno Matsui	Ing. Aristides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñon Dr. Belgis Chial (Dejó su trabajo en Jun 2009) Lic. Eduviges Núñez (Dejó su trabajo en Jun 2010) Lic. Roberto Rey (Dejó su trabajo en Jun 2010) Lic. Ismenia Espino (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. Dessy Garrido (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. José Ortega (Dejó su trabajo en Oct 2010) Lic. Alexis Amor (Dejó su trabajo en Jun 2009) Lic. Julio Arosemena (Dejó su trabajo en Oct 2009)
	Resultado	•	•	•																
3-2: El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere los conocimientos acerca de los parámetros de análisis y la metodología de muestreo de acuerdo a las actividades industriales.	Plan			•	•	•	•	•	•										Hosono Sato	Ing. Aristides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñon Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (Dejó su trabajo en Sep 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Dejó su trabajo en Ago 2012) Lic. Dessy Garrido (Dejó su trabajo en Oct 2010)
	Resultado									•	•	•	•	•	•	•	•	•		





Actividades	Plan / Resultado	Año / Mes												Experto	Encargado de C/P								
		2008		2009				2010				2011				2012							
		11	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3	6			9	12	3	6	9			
3-5: El Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM elabora el plan de monitoreo de Calidad de agua, teniendo en cuenta la situación del uso de agua y fuentes de contaminación.	Plan			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■			Sato Mizuno	Ing. Aristides Falcón Lic. Julia Pineda Lic. Ana Raquel Tuñon Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Dejó su trabajo en Ago 2012) Lic. Ana Luisa García (Dejó su trabajo en Abr 2012) Lic. Dessy Garrido (Dejó su trabajo en Oct 2010)		
	Resultado						■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■						
3-6: El Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM proporciona los datos para la evaluación de las normas de Calidad de agua y aguas residuales vigentes.	Plan																	■	■	■	■	Sato Mizuno	Ing. Aristides Falcón Dra. Denise Delvalle Lic. Julia Pineda Lic. Yahaira Espinosa Lic. Ana Raquel Tuñon Lic. Olmedo Pérez Núñez Lic. Janell Magué Cerceño Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy (Dejó su trabajo en Sep 2012) Lic. Lizbeth del C. Brito Peña (Dejó su trabajo en Ago 2012) Lic. Ana Luisa García (Dejó su trabajo en Abr 2012)
	Resultado																	■	■	■	■		

## CAPÍTULO 6 RESULTADO DE ASIGNACIÓN DE EQUIPO DE EXPERTO JAPONESES Y SU APORTE

### 6.1 Resultado de insumo por parte de Japonés

#### 6.1.1 Resultado de asignación de expertos japoneses

El resultado de asignación de experto japonés resume en la Tabla 6.1. Detalle se indica en Figura 6.1.

Tabla 6.1 Resumen del resultado de la asignación del experto japonés

Año Fiscal	Actividades en Panamá (persona-mes)
2008	4.70
2009	14.03
2010	16.76
2011	16.20
2012	8.50
Total	60.19

Figura 6.1 Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2008

Encargado	Nombre	AF 2008												Total (personas- meses)				
		2008						2009										
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3					
Asesor Jefe/Manejo de Calidad de Agua	Michiaki Hosono																1.70	
Sub-Asesor Jefe / Metodología de QA/QC	Kunio Ishikawa																0.00	
Monitoreo de Calidad Agua I	Terumi Mizuno																1.10	
Monitoreo de Calidad Agua II	Nobuyuki Sato																1.20	
Análisis de Calidad de Agua	Yoshio Matsui																0.70	
Coordinador I	Nobuyuki Sato																(0.50)	
Coordinador II	Daniel Neagari																(1.20)	
																	Total	4.70

Figura 6.2 Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2009

Encargado	Nombre	AF 2009												Total (personas- meses)		
		2009						2010								
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3			
Asesor Jefe/Manejo de Calidad de Agua	Michiaki Hosono				■	■										2.27
Gestión de Calidad de Agua										■	■					1.00
Sub-Asesor Jefe / Metodología de QA/QC	Kunio Ishikawa							■	■							0.83
Asesor Jefe / Metodología de QA/QC														■	■	0.23
Monitoreo de Calidad Agua I	Terumi Mizuno												■	■		0.77
Monitoreo de Calidad Agua II	Nobuyuki Sato					■	■			■	■					1.80
Sub-Asesor Jefe / Monitoreo de Calidad Agua II											■	■		■	■	2.10
Análisis de Calidad de Agua	Akio Hashimoto					■	■			■	■		■	■		5.03
Coordinator I	Nobuyuki Sato										■	■				(1.13)
Coordinator II	Daniel Neagari													■	■	(0.87)
Total												14.03				

Figura 6.3 Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2010

Encargado	Nombre	AF 2010												Total (persona s-meses)		
		2010						2011								
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3			
Asesor Jefe / Metodología de QA/QC	Kunio Ishikawa													■	■	1.00
QA/QC II	Tsuyoshi Ito			■	■											1.00
Suplente de Asesor / Metodología de QA/QCII										■	■		■	■		2.53
Monitoreo de Calidad Agua	Terumi Mizuno							■	■				■	■		1.40
Sub-Asesor Jefe / Gestión de Calidad de Agua	Nobuyuki Sato				■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	7.30
Análisis de Calidad de Agua	Akio Hashimoto			■	■					■	■					3.53
Coordinator I	Nobuyuki Sato												■	■	■	(1.10)
Coordinator II	Michinori Mutsuda												■	■	■	(0.90)
Total												16.76				

Figura 6.4 Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2011

Encargado	Nombre	AF 2011												Total (personas- meses)	
		2011						2012							
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3		
QA/QC	Kunio Ishikawa			(21)			(21)								1.40
Asesor Jefe / QA/QC II	Tsuyoshi Ito		(21)							(26)			(25)		2.40
Sub-Asesor Jefe / Gestión de Calidad de Agua	Nobuyuki Sato			(67)				(115)					(56)		7.93
Análisis de Calidad de Agua	Akio Hashimoto				(21)						(21)				1.40
Análisis de Calidad de Agua II	Michinori Mutsuda						(72)						(20)		(3.07)
Coordinador II	Michinori Mutsuda									(29)			(31)		(2.00)
Total												16.20			

Figura 6.5 Resultado por la participación del experto Japonés: el año fiscal 2012

Encargado	Nombre	AF 2012												Total (persona s-meses)	
		2012						2013							
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3		
Asesor Jefe / QA/QC II	Tsuyoshi Ito		(37)		(21)			(21)							2.63
Sub-Asesor Jefe / Gestión de Calidad de Agua	Nobuyuki Sato			(78)				(21)							3.30
Análisis de Calidad de Agua II	Michinori Mutsuda			(56)				(21)							2.57
Coordinador I	Takuya Harada			(23)				(15)							(1.27)
Coordinador II	Michinori Mutsuda				(22)										(0.73)
Total												8.50			

### 6.1.2 Resultado de entrenamiento en Japón

El entrenamiento en Japón fue implementado dos veces. El resumen está presentado en la Tabla 6.2 y 6.3.

Tabla 6.2 Resumen del primero entrenamiento en Japón

Participante	Dra. (Ms.) Denise Marie Delvalle
Tema	Administración de Gestión sobre calidad del agua
Periodo	23 de agosto de 2010 – 27 de agosto de 2010
Resumen de entrenamiento	<p>Implementado con objetivos de rendimiento de los siguientes 4 artículos a través de conferencias, práctica y observación.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) Conocimientos sobre la preparación del plan de monitoreo de la calidad del agua adecuada.</li> <li>2) Conocimientos sobre el análisis y aplicación de los datos de monitoreo de la calidad del aguas.</li> <li>3) Conocimientos sobre la correcta evaluación del estado actual del medio ambiente a través del resultado de monitoreo de la calidad del aguas.</li> <li>4) Conocimiento sobre el plan de mejoría después de la comprensión de la información ambiental actual.</li> </ol>

Tabla 6.3 Resumen del segundo entrenamiento en Japón

Participantes	Lic. Olmedo Pérez Núñez, Lic. Yahaira Espinosa
Tema	Análisis sobre calidad del agua
Periodo	31 de octubre de 2011 – 4 de noviembre de 2011
Resumen de entrenamiento	<p>Implementado con objetivos de rendimiento de los siguientes 4 artículos a través de conferencias, práctica y observación.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) El conocimiento sobre utilización y preservación del equipo para microanálisis.</li> <li>2) El conocimiento sobre método de preservación de la muestra para el microanálisis.</li> <li>3) El conocimiento sobre la exactitud de los resultados de microanálisis</li> <li>4) Los conocimientos sobre los daños causados por contaminantes traza.</li> </ol>

### 6.1.3 Resultado del suministro de los equipos

Los equipos suministrados se muestran en el Apéndice 6.1. Cuando el propietario del equipo fue transferido, JET y ANAM intercambian la nota como se muestra en el Apéndice 6.2.

### 6.1.4 Resultado de los gastos en Panamá por parte de Japonés

La tabla 6.4 ha descrito los gastos en Panamá por parte de Japonés

Tabla 6.4 Resultado de los gastos en Panamá por la parte de Japonés

Unidad: Yen

Artículo	1 <sup>er</sup> año de proyecto	2 <sup>do</sup> año de proyecto	3 <sup>er</sup> año de proyecto	4 <sup>to</sup> año de proyecto	5 <sup>to</sup> año de proyecto <sup>1)</sup>	Total
Actividades generales en Panamá (intérprete, asistencia empleado, insumo, alquiler el carro, etc.)	2,872,000	7,049,000	6,104,000	4,549,000	3,891,000	24,465,000
Equipos	535,000	8,767,000	831,000	323,000	185,000	10,641,000
Precio de transporte de los equipos	66,000	1,575,000	1,982,000	558,000	263,000	4,444,444
Preparación de los informes en Japón	787,000	1,586,000	736,000	60,000	328,000	3,497,000
Entrenamiento en Japón	0	0	521,000	528,000	0	1,049,000
<b>Total</b>	<b>4,260,000</b>	<b>18,977,000</b>	<b>10,174,000</b>	<b>6,018,000</b>	<b>4,667,000</b>	<b>44,096,000</b>

## 6.2 Resultado de aporte por la contraparte Panameña

El insumo por parte de panameño y la lista de C/P que participaron a las actividades del PDM se muestra en la Tabla 6.5. Además, el presupuesto del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM se indica en la Tabla 6.6.

Tabla 6.5 Asignación de C/P para cada indicador de PDM

Resultado	Indicadores Verificables	C/P
1 Incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.	1.1 Por lo menos 20 parámetros con técnicas analíticas establecidas.	Yahaira, Ana García (Renunció en el abril de 2012), Olmedo, Janell, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012), Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012), Roberto (Dejó su trabajo en junio de 2010), Jetzabel (Dejó su trabajo en agosto de 2010)
	1.2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM obtiene técnica de análisis utilizando SOPs establecido por actividades de relacionado con resultado 2.	Julia, Yahaira, Ana Tuñón, Ana García (Renunció en el abril de 2012), Olmedo, Janell, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012), Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012), Roberto (Dejó su trabajo en junio de 2010), Dessy (Dejó su trabajo en octubre de 2010), Ismenia (Renunció en el octubre de 2010)
	1.3 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM obtiene técnica de muestreo utilizando SOPs establecido por actividades de relacionado con resultado 2.	Yahaira, Ana Tuñón, Olmedo, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012), Ismenia (Dejó su trabajo en octubre de 2010), Dessy (Dejó su trabajo en octubre de 2010), Roberto (Dejó su trabajo en junio de 2010), Jetzabel (Dejó su trabajo en agosto de 2010), José (Dejó su trabajo en octubre de 2010)

		1.4	Anualmente realizar 2,000 muestra a través de SOPs establecido.	Julia, Yahaira, Ana Tuñón, Ana García (Renunció en el abril de 2012), Olmedo, Janell, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012), Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012), Eduviges (Dejó su trabajo en Junio de 2010), Roberto (Dejó su trabajo en Junio de 2010), Ismenia (Dejó su trabajo en octubre de 2010), Dessy (Dejó su trabajo en octubre de 2010), José (Dejó su trabajo en octubre de 2010)
2	Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.	2.1	El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM obtiene los conocimientos de la metodología de calibración.	Yahaira, Olmedo, Jetzabel (Dejó su trabajo en agosto de 2010), Ismenia (Dejó su trabajo en octubre de 2010), Dessy (Dejó su trabajo en octubre de 2010)
		2.2	El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM obtiene sobre el cálculo del análisis de incertidumbre.	Denise, Falcón, Julia, Yahaira, Ana Tuñón, Ana García (Renunció en el abril de 2012), Olmedo, Janell, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012), Roberto (Dejó su trabajo en junio de 2010), Ismenia (Dejó su trabajo en junio de 2010), Dessy (Dejó su trabajo en junio de 2010), José (Dejó su trabajo en junio de 2010)
		2.3	Se adquirir por lo menos 20 parámetros con SOPs validados.	Yahaira, Ana García (Renunció en el abril de 2012), Olmedo, Janell, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012), Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012), Roberto (Dejó su trabajo en junio de 2010), Jetzabel (Dejó su trabajo en agosto de 2010)
		2.4	Controlado registro técnico y 20 parámetros de SOPs a través de ISO 17025.	Denise, Falcón, Julia, Ana García (Renunció en el abril de 2012), Olmedo, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012), Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012), Ana Tuñón,
		2.5	Por lo menos 10 personas de DIPROCA de la ANAM realiza auditor como auditor interno para la supervisión del sistema QA/QC.	Julia, Yahaira, Olmedo, Tidiam (Dejó su trabajo en Mayo 2011), Ana Tuñón, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012)
3	Fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar los conocimientos e informaciones científicas relacionados con el proceso del monitoreo ambiental.	3.1	El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere técnica de monitoreo de descarga de agua industrial.	Julia, Dessy (Dejó su trabajo en octubre de 2010)
		3.2	El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere los conocimientos acerca de entendimiento de calidad de agua.	Falcón, Ana Tuñón, Olmedo, Yahaira, Janell, Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012), Dionis (Renunció en el septiembre de 2012)
		3.3	El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere los conocimientos sobre movimiento de sustancias contaminantes.	Falcón, Julia, Ana Tuñón, Olmedo, Yahaira, Janell, Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012)
		3.4	Estabilizar plan de monitoreo como modelo para el del río seleccionado.	Falcón, Julia, Ana Tuñón, Olmedo, Janell, Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012), Ana García (Renunció en el abril de 2012), Dessy (Dejó su trabajo en Oct 2010)
		3.5	El Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM adquiere la capacidad de la evaluación de las normas de Calidad de agua.	Denise, Falcón, Julia, Ana García (Renunció en el abril de 2012), Ana Tuñón, Olmedo, Yahaira, Janell, Dionis (Renunció en el septiembre de 2012), Lizbeth (Renunció en el agosto de 2012)



Tabla 6.6 Presupuesto y ejecución del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM

Año	Presupuesto (US\$)	Ejecución (US\$)
2008	170,000	366,175
2009	170,000	133,822
2010	148,000	115,705
2011	105,000	52,591
2012	175,000	-

Nota: Presupuesto y ejecución no incluye el salario de los técnicos del laboratorio

## **CAPÍTULO 7 RECURSO PARA LA IMPLEMENTACION DEL PROYECTO, LECCIONES Y SUGERENCIAS**

### **1. Recurso**

#### 1) Asistencia Técnica Flexible y en Respuesta a Demanda

En sus inicios, el proyecto se enfrentó a cambios frecuentes de C/P, especialmente en el período de la primera mitad del año fiscal. Además, C/P tenía que con frecuencia y sorpresivamente hacer inspecciones de afluentes altamente contaminados por la actividad industrial. Estos incidentes afectaban las actividades del proyecto que requerían revisiones al plan de capacitación. Para minimizar los efectos y maximizar la eficiencia de la asistencia técnica se decide que el Dr. Sato (Sub-Asesor jefe/experto de la gestión de la calidad del agua) permaneciese en Panamá todo el tiempo posible, especialmente en el 3<sup>er</sup> y 4<sup>to</sup> año. Por su larga estancia en Panamá, podía así observar de primera mano los eventos sobre C/P y podía intercambiar información con más frecuencia. De esa forma, pudo informar a los expertos de JET sobre cambios de C/P, situación dispuesta a entrenar C/P en el período específico, la práctica de aplicación, con enfoque efectivo antes de salir de Japón. Con esta base de información, los expertos pudieron preparar materiales de entrenamiento antes de llegar a Panamá. En esta preparación, los expertos podrían comenzar la práctica inmediatamente a C/P después de llegar en Panamá.

#### 2) Aseguramiento de las técnicas obtenidas a través de la asistencia técnica

Todos los C/P tiene trabajo diario. Por esta razón no era viable dar las capacitaciones simultáneamente a todos C/P en el período de este proyecto. Sin embargo, era importante aumentar el nivel de capacidad técnica para los miembros del laboratorio. En consideración a esto, los miembros compartían los conocimientos adquiridos a través de presentaciones posteriores a los otros técnicos. Las presentaciones se convirtieron además en una forma de observar si el C/P comprendía la práctica correspondiente o no. Además muchos C/P renunciaron a sus trabajos y se emplearon nuevos C/P creando una rotación. Tomando esto en cuenta y para la sostenibilidad del laboratorio, se capacitaban dos miembros del laboratorio simultáneamente (véase Tabla 3.1)

#### 3) Actividad de relación pública en CCC

Este proyecto consistía de asistencia técnica en técnicas de monitoreo de la calidad del agua para los miembros del Laboratorio de Calidad Ambiental de ANAM implementadas tanto en el laboratorio como en el trabajo de campo. Por lo tanto, la gente de Panamá tuvo pocas oportunidades de conocer acerca del proyecto. Con el fin de informar al público, a los medios de comunicación locales (TV, las compañías de periódicos) fueron invitados por CCC en el 4 ° año fiscal del proyecto. Esta CCC podría contribuir a informar a los objetivos y los resultados del proyecto al público.

### **2. Lecciones**

#### **La parte Japonesa**

Las lecciones del proyecto de la parte japonés se muestran a continuación:

1) La flexibilidad de la asignación de los expertos para responder a las necesidades cambiantes y situaciones de C/P

El proyecto se enfrenta a los cambios frecuentes de C/P, especialmente hasta el período del tercer año fiscal. Como resultado, la misma asistencia técnica se hacía necesaria en respuesta a la alta rotación que se daba del mismo. Además, las prioridades de los parámetros cambiaron con las necesidades y la evolución del proyecto. JET da respuesta a estas necesidades. Para lograr los resultados durante el período del proyecto, se considera la asignación de los expertos con un nivel de las capacidades técnicas requeridas y la flexibilidad necesarias que incluyan la capacidad de interactuar con las autoridades locales. Debido a estas consideraciones, el propósito del proyecto se logró.

2) La realimentación de la asistencia por expertos de corto plazo

Después del tercer año fiscal, se consideró que al menos un experto se quedase en Panamá de forma continua durante casi todo el período del año fiscal. Este recurso fue muy eficaz como se mostró en "1) Flexible y demanda de la asistencia para C/P". Por otro lado, hubo expertos a corto plazo, que trabajaban tan sólo un mes en Panamá, y regresaban posteriormente a Panamá después de varios meses. Se observó que C/P tenía una dificultad para recordar el conocimiento obtenido de la anterior asistencia técnica, especialmente si la siguiente asistencia técnica realiza después de varios meses. Por lo tanto, se hace necesario que los expertos a corto plazo realicen realimentación para cumplir actividades continuas con el fin de fijar los conocimientos necesarios para el C/P.

### **La parte panameña**

Las lecciones por la parte panameña se pueden mostrarse como sigue en los siguientes tres puntos a resaltar: Estos puntos no pueden resolverse completamente, aunque se emplee los buenos oficios del director de este proyecto. Sin embargo, se describen con la intención de que se lograsen ampliar las actividades para el logro de la sostenibilidad del laboratorio.

1) Empleo estable de C/P

Durante el proyecto hubo una gran rotación de C/P. Esto hace difícil y poco sostenible para mantener la capacidad técnica del laboratorio. En consideración a la sostenibilidad, es importante que trabajar los mismos miembros continuamente. Después de noviembre de 2010, se puede observar la mejora en situación del número de miembro de laboratorio que sólo cuatro técnicos dejaron su trabajo. Esta situación es esencial para sostenimiento de Laboratorio de la Calidad Ambiental de ANAM. Y se hace adicionalmente necesaria la asignación de presupuesto a largo plazo.

2) Empleo nuevo y designación de cada encargado y asistente

Como se puede observaren la Tabla 3.1, se llevó a cabo asistencia técnica para muchos C/P. A través de esta asistencia, se encuentra como una lección que el personal de laboratorio debe ser asignado con la consideración del tiempo de análisis y la condición de empleo. La Tabla 7.1 contiene información confirmada con C/P sobre el encargado y el asistente para cada parámetro. Sin embargo, hay algunos análisis que difícil de terminar análisis en el tiempo. Actualmente, está en proceso de emplear tres nuevos técnico. Con el fin de analizar todos los parámetros necesarios y mantener la capacidad técnica, es importante emplear nuevos técnicos. Cuando se emplee nuevo personal se ha de revisar la Tabla 7.1 en

consideración a balance general de laboratorio.

Tabla 7.1 Lista de persona encargada para los parámetros de análisis

	Parámetro	Persona encargada	Asistente de encargado
1	TS	Ing. Arístides Falcón	Lic. Yahaira Espinosa
2	DS	Ing. Arístides Falcón	Lic. Yahaira Espinosa
3	SS	Ing. Arístides Falcón	Lic. Yahaira Espinosa
4	COD	Lic. Olmedo Pérez Núñez	Ing. Arístides Falcón
5	BOD	Lic. Yahaira Espinosa	Lic. Julia Pineda
6	TN	Lic. Olmedo Pérez Núñez	Lic. Yahaira Espinosa
7	NH <sub>3</sub> <sup>+</sup> -N	Lic. Olmedo Pérez Núñez	Lic. Yahaira Espinosa
8	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N	Lic. Yahaira Espinosa	Ing. Arístides Falcón
9	TP	Lic. Olmedo Pérez Núñez	Lic. Yahaira Espinosa
10	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	Lic. Yahaira Espinosa	Ing. Arístides Falcón
11	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	Lic. Yahaira Espinosa	Ing. Arístides Falcón
12	Cl <sup>-</sup>	Lic. Yahaira Espinosa	Ing. Arístides Falcón
13	T-Coli	Lic. Ana Raquel Tuñón	Lic. Janell Magué Cerceño
14	F-Coli	Lic. Ana Raquel Tuñón	Lic. Janell Magué Cerceño
15	detergent	Lic. Olmedo Pérez Núñez	Lic. Yahaira Espinosa
16	Oil & Grease	Lic. Yahaira Espinosa	Lic. Olmedo Pérez Núñez
17	Total hydrocarbon	Lic. Yahaira Espinosa	Lic. Olmedo Pérez Núñez
18	Cr <sup>6+</sup>	Lic. Olmedo Pérez Núñez	Lic. Yahaira Espinosa
19	Hg	Lic. Olmedo Pérez Núñez	Lic. Yahaira Espinosa
20	Pb	-	-
21	Br <sup>-</sup>	Lic. Yahaira Espinosa	Ing. Arístides Falcón
22	F <sup>-</sup>	Lic. Yahaira Espinosa	Ing. Arístides Falcón
23	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -N	Lic. Yahaira Espinosa	Ing. Arístides Falcón
24	CN <sup>-</sup>	Lic. Yahaira Espinosa	Lic. Olmedo Pérez Núñez

### 3) Operación estable del analizador (Equipos)

Algunos analizadores no están funcionando i) no se han reparado, y ii) la capacidad de voltaje eléctrico es insuficiente para la operación. Con el fin de ampliar la capacidad del laboratorio, es necesario de mejorar estos temas. Especialmente para los analizadores costosos, el plan a futuro debe ser preparado con base al objetivo del uso, la facilidad de adquisición y el costo de reparación. Si el plan se prepara para adquirir nuevos analizadores, ANAM debe presupuestar además de los costos iniciales de la compra, los costos de mantenimiento para el año. Junto con el presupuesto, el requisito se extiende para controlar el cuarto de la temperatura que ha de ser adecuada y estable, el empleo de un número suficiente de personal de laboratorio y el desarrollo de la capacidad técnica.

## 3. Recomendaciones

### 1) Recomendaciones Generales

La sugerencia general es que la ANAM prepare el plan del futuro Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM, tomando en cuenta las funciones y las actividades. A través del plan, se puede realizar a obtener los técnicos y reparación de los equipos. El plan puede incluir la coordinación con otros departamentos/oficinas tales como la Dirección de Administración de Sistemas de Información Ambiental y la oficina de provincial de ANAM. Actualmente el estándar de la calidad del agua del río está en la

preparación. Si este estándar entra en vigor, las actividades de monitoreo del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM ha de hacerlo siguiendo el estándar. Estos temas deben ser profundamente considerados por la ANAM.

## 2) Sugerencia por “Resultado del proyecto”

Para el resultado 1, se sugiere que se analice de forma continua los parámetros implementados a través de la asistencia técnica del proyecto, en el trabajo diario. Tal como se propone en la Tabla 7.1, el personal de laboratorio debe ser asignado para cada parámetro. Esto es eficaz para fijar la rutina de las técnicas y hacerlas transferibles a nuevos integrantes.

Para el resultado 2, la sugerencia es llevar a cabo el control de precisión de forma continua en el trabajo diario como se dio a través de la asistencia técnica de capacitación del proyecto, y mejorar el sistema de QA/QC y la precisión del análisis. La aplicación de la auditoría para la certificación de ISO17025 debe estar preparada. Se recomienda que primero se aplique la certificación de uno o dos parámetros los cuales se puedan analizar con facilidad al Laboratorio de la Calidad Ambiental del ANAM. Una vez se aprende el procedimiento, es mucho más fácil obtener la certificación de los otros parámetros.

Para el resultado 3, la sugerencia es preparar el plan del monitoreo de la calidad del agua en las otras cuencas hidrográficas a través del plan de la cuenca del río La Villa. Por otra parte, es necesario que el plan debe ser revisado. Es importante monitorear la calidad del agua continuamente por el plan.

## 3) Sugerencia para el “Objetivo del Proyecto” y la “Meta superior del Proyecto”

El propósito del proyecto es "El Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM pueda proporcionar información confiable a través de la implementación de un sistema de aseguramiento y control de la calidad (QA/QC) que sirva para contribuir al fortalecimiento de la gestión ambiental de la ANAM". Se considera que el objetivo casi se logró. Si C/P implementa las sugerencias mencionadas anteriormente, el grado de cumplimiento de la meta superior podría ser incrementado. En detalle, las actividades recomendadas son: i) la mejora de la capacidad de análisis por SOP preparada, y ii) la comprensión de la situación actual de la calidad del agua en Panamá mediante la acumulación a largo plazo de seguimiento basado en el plan de la calidad del agua. El resultado puede identificar las zonas contaminación/polución que no se encuentran hasta este momento. En caso de encontrar las áreas, deben tomar algunas medidas a través de remitir la orientación administrativa en Japón y los otros países. Junto con las medidas, es necesario mejorar las capacidades de la administración de la gestión de la calidad del agua de ANAM.

## CAPÍTULO 8 REGISTRO DE CELEBRACIÓN DE CCC

Celebraron de CCC se muestra en la Tabla 8.1. La minuta de discusión se presenta en el Apéndice 8.1.

Tabla 8.1 Registro de la celebración de CCC

CCC	Fecha	Discusión principal
1er	3 de diciembre de 2008	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Finalización del informe inicial (comprensión general del proyecto, la confirmación de miembros del CCC, el diseño de las actividades del proyecto)</li> <li>• Oficina para JET</li> <li>• Transporte para JET</li> </ul>
2do	5 de febrero de 2009	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aprobación del informe inicial</li> </ul>
3ro	3 de febrero de 2010	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aprobación de la implementación de los actividades desde el junio de 2009 al enero de 2010.</li> <li>• Aprobación del informe de avance del proyecto(No.3)</li> <li>• Aprobación del resumen de los actividades desde el mayo de 2010 al febrero de 2011</li> <li>• Metodología de verificación de indicadores en el PDM</li> <li>• Ordenamiento de Infraestructura en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</li> </ul>
4to	4 de febrero de 2011	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aprobación de la implementación de los actividades desde el junio de 2010 al enero de 2011</li> <li>• Aprobación del informe de avance del proyecto(No.5)</li> <li>• Aprobación del resumen de los actividades desde el mayo de 2011 al febrero de 2012</li> <li>• El mejoramiento de Infraestructura en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</li> <li>• Situación de permanencia de empleados</li> </ul>
5to	16 de noviembre de 2011	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aprobación de la implementación de los actividades desde el mayo de 2011 al septiembre de 2011</li> <li>• Aprobación del informe de avance del proyecto(No.6)</li> <li>• Aprobación del resumen de los actividades desde el noviembre de 2011 al febrero de 2012</li> <li>• El mejoramiento de Infraestructura en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</li> <li>• Situación de permanencia de empleados</li> </ul>
6to	3 de febrero de 2012	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aprobación de la implementación de los actividades desde el mayo de 2011 al febrero de 2011</li> <li>• Aprobación del informe de terminación del proyecto en el cuarto año fiscal</li> <li>• Aprobación del resumen de los actividades desde el mayo de 2012 al septiembre de 2012</li> <li>• La revisión de PDM</li> <li>• El mejoramiento de Infraestructura en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</li> </ul>
7mo	20 de septiembre de 2012	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Aprobación de las todas actividades del proyecto</li> <li>• Aprobación del informe final del proyecto</li> </ul>

## Apéndice

Apéndice 3.1	SOP.....	A-1
Apéndice 3.2	Plan de monitoreo de la calidad del agua .....	A-2
Apéndice 3.3	PDM (versión 1).....	A-3
Apéndice 3.4	PDM (versión 2).....	A-4
Apéndice 3.5	PDM (versión 3).....	A-5
Apéndice 3.6	La revisión de PDM (Versión 1) a PDM (Versión 2).....	A-6
Apéndice 3.7	La revisión de PDM (Versión 2) a PDM (Versión 3).....	A-7
Apéndice 3.8	El plan de actividades.....	A-8
Apéndice 3.9	La materia de la presentación: El manual de la calibración para HORIBA D-54.....	A-9
Apéndice 3.10	La materia de la presentación: El resultado de la curva de calibración y la prueba de repetitividad sobre el análisis de DQO.....	A-10
Apéndice 3.11	La materia de la presentación: El resultado de la prueba de repetitividad sobre el análisis de DQO .....	A-11
Apéndice 3.12	La materia de la presentación: El resultado de la prueba de repetitividad para IC .....	A-12
Apéndice 3.13	La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar .....	A-13
Apéndice 3.14	La materia de la presentación: El resumen de la operación del analizador de Hg .....	A-14
Apéndice 3.15	La materia de la presentación: El resumen del procedimiento del análisis de Hg .....	A-15
Apéndice 3.16	La materia de la presentación: El resumen del manual de la operación para multi-Parámetro .....	A-16
Apéndice 3.17	La materia de la presentación: El manual de la operación para multi-parámetro .....	A-17
Apéndice 3.18	La materia de la presentación: Condiciones del funcionamiento en el campo y el tema de multi-parámetro .....	A-18
Apéndice 3.19	La materia de la presentación: El resumen del procedimiento del análisis y el resultado de la prueba de repetitividad sobre T-coli y F-coli (Analista: Lic. Ana Raquel Tuñón).....	A-19
Apéndice 3.20	La materia de la presentación: El resultado de la prueba de repetición sobre T-coli y F-coli (Analista: Lic. Dessy Garrido) .....	A-20

Apéndice 3.21	La materia de la presentación: El conocimiento obtenido por el entrenamiento en Japón.....	A-21
Apéndice 3.22	La materia de la presentación: El manual de la operación sobre multi-parámetro .....	A-22
Apéndice 3.23	La materia de la presentación: La correlación de ST, SS, SD, y CE en el río Santa María.....	A-23
Apéndice 3.24	La materia de la presentación: Valor general sobre CE.....	A-24
Apéndice 3.25	La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar sobre el análisis de Hg.....	A-25
Apéndice 3.26	La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar sobre el análisis de coliforme .....	A-26
Apéndice 3.27	La materia de la presentación: El procedimiento de la medición y la calculación sobre caudal del río.....	A-27
Apéndice 3.28	La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar sobre el análisis de detergente .....	A-28
Apéndice 3.29	La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar sobre el control del registro .....	A-29
Apéndice 3.30	La materia de la presentación: El cálculo de incertidumbre.....	A-30
Apéndice 4.1	La minuta de discusiones para el plan del año fiscal 2012.....	A-31
Apéndice 4.2	El remplazo de la junta, el anillo tórico y el pistón de IC .....	A-32
Apéndice 4.3	La operación del baño maría .....	A-33
Apéndice 4.4	La operación del autoclave .....	A-34
Apéndice 4.5	La materia del seminario: La ley de la propagación de errores .....	A-35
Apéndice 4.6	La tarea de la ley de la propagación de errores .....	A-36
Apéndice 4.7	El resumen de los resultados sobre la tarea y la respuesta de cuestionario .....	A-37
Apéndice 4.8	La materia del seminario: La extracción de los factores de la incertidumbre ....	A-38
Apéndice 4.9	La extracción de los factores de error.....	A-39
Apéndice 4.10	La materia del seminario: Los datos para la calculación de la incertidumbre estándar relativa.....	A-40
Apéndice 4.11	La respuesta de la tarea sobre la incertidumbre estándar relativa.....	A-41
Apéndice 4.12	La materia del seminario: El cálculo de la incertidumbre estándar relativa I.....	A-42
Apéndice 4.13	La hoja de cálculo de Excel sobre la incertidumbre estándar relativa.....	A-43
Apéndice 4.14	La materia del seminario: El cálculo de la incertidumbre estándar relativa II .....	A-44



Apéndice 4.15	La materia del seminario: La integración de la incertidumbre estándar relativa.....	A-45
Apéndice 4.16	La norma de descarga de agua en Costa Rica, Colombia, y Panamá .....	A-46
Apéndice 6.1	La lista del suministro del equipo.....	A-47
Apéndice 6.2	La nota para la transferencia del propietario de los equipos .....	A-48
Apéndice 8.1	La minuta de discusiones en CCC.....	A-49



## Apéndice 3.1 SOP



**Procedimientos Estandares Operacionales  
Para  
El Monitoreo Ambiental de la Calidad del  
Agua**

**Septiembre 2012  
Laboratorio ANAM**

## **Índice de Contenido**

**Capítulo 1 Hoja de Custodia para el monitoreo de aguas naturales y efluentes**

**Capítulo 2 Equipo**

**Capítulo 3 Método Analítico**

**Capítulo 4 Procedimiento del Trabajo en el Laboratorio**

**Capítulo 1 Hoja de Custodia para el monitoreo de aguas naturales y efluentes**



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## MANUAL DE MUESTREO

**Código** : M-003  
**Revisión** : 2  
**Vigencia** : 25/01/10  
**Página** : 1 de 22  
**Aprobado** : AF

1.	Introducción.....	3
2.	Preparación para el muestreo .....	3
2.1.	Envases y preservativos .....	3
2.2.	Provisiones para muestreo .....	5
2.2.1	Sobrevivencia en el Campo .....	5
2.2.2.	Localización Física.....	6
2.2.3.	Medición de Parámetros de Campo.....	6
2.2.4.	Muestreo .....	6
2.2.5	Limpieza/Descontaminación .....	7
2.3.	Preparación de equipo de muestreo y de campo .....	7
2.4.	En campo.....	7
2.4.1.	Preparación para la colecta .....	7
2.4.1.1.	Limpieza del equipo de muestreo .....	8
2.4.1.2.	Calibración del equipo de campo .....	8
2.4.1.3.	Ubicación y descripción de la estación de muestreo .....	8
2.4.1.4.	Fotografías de la Estación .....	8
2.4.1.5.	Determinación de las coordenadas de la estación.....	9
2.4.2	Colecta de la muestra .....	9
2.4.2.1.	Guías de salud y seguridad .....	10
2.4.2.2.	Colecta de muestra representativa .....	10
2.4.2.3.	Cómo tomar la muestra (aguas superficiales).....	12
2.4.2.4.	Cómo tomar la muestra (efluentes de aguas residuales).....	13
2.4.2.5.	Muestreo microbiológico .....	14
2.4.3.	Envasado y envío.....	15
2.4.4.	Cadena de custodia .....	15
2.4.5.	Control de calidad .....	16
2.4.6.	Registros de campo .....	17
2.4.7.	Medición de parámetros en campo.....	18
2.4.7.1.	Temperatura:.....	18
2.4.7.2.	Oxígeno disuelto: .....	19
2.4.7.3.	Conductividad: .....	20
2.4.7.4.	pH:.....	21



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 2 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	--

2.4.7.5. Aforo de ríos.....	21
2.4.8. Buenas prácticas para la colecta y manejo de muestras.....	21
3. Control de cambios.....	22

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>MANUAL DE MUESTREO</h1>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 3 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	--

## 1. Introducción.

Este manual es una guía para la colección de muestras para determinar parámetros de calidad del agua. Las muestras podrán ser de aguas superficiales y aguas residuales. Este manual establece todas las actividades que se desarrollan desde la preparación previa a la toma de las muestras hasta la entrega de las mismas en el laboratorio

## 2. Preparación para el muestreo

### 2.1. Envases y preservativos

Los envases de muestreo pueden ser de vidrio o plástico (polietileno, polipropileno o teflón) y se deben sellar herméticamente. Los envases deben estar limpios y acondicionados según las indicaciones particulares para cada análisis. (ver tabla No. 1)

Los envases deben permanecer sellados hasta que sean usados en el campo.

Se deben llevar envases suficientes incluyendo aquellos para muestras duplicadas. Siempre se deben llevar botellas adicionales en caso de que quiebren se contaminen en el campo.

Algunas muestras requieren almacenamiento a baja temperatura y/o preservación con químicos para mantener su integridad durante el transporte y antes del análisis en el laboratorio. En el siguiente cuadro se indica el tipo de envase y preservativo, volumen de muestra y tiempo máximo de almacenamiento para parámetros de calidad de agua:

**Tabla No. 1. Toma de muestra y preservación**

Parámetro	Tipo de envase	Preservación	Volumen mínimo de muestra (mL)	Tiempo máximo de almacenamiento <sup>(1)</sup>
Coliformes totales y fecales	V o P	4 a 10°C <sup>(2)</sup>	120	No mayor de 24 horas
pH	P o V	No requiere	100	Analizar inmediatamente
Temperatura	En campo	No requiere	-----	Analizar inmediatamente
Sólidos suspendidos	P o V	Refrigerar a 4°C	200	24 hrs. para aguas residuales 2-7 días
Sólidos disueltos	P o V	Refrigerar a 4°C	200	2-7 días



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## MANUAL DE MUESTREO

**Código** : M-003  
**Revisión** : 2  
**Vigencia** : 25/01/10  
**Página** : 4 de 22  
**Aprobado** : AF

Parámetro	Tipo de envase	Preservación	Volumen mínimo de muestra (mL)	Tiempo máximo de almacenamiento <sup>(1)</sup>
Turbiedad	P o V	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C en lugar oscuro	100	24 hrs.
Oxígeno disuelto	V	Fije el oxígeno en campo (Winkler)	300	Analizar inmediatamente
Demanda química de oxígeno (DQO)	P o V	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C, HCl o H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> hasta pH < 2	300	Analizar inmediatamente
Demanda bioquímica de oxígeno (DBO <sub>5</sub> )	P o V	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C	1000	24 horas
Grasas y aceites	V	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C, HCl o H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> hasta pH < 2	1000	24 horas para aguas residuales 28 días
Hidrocarburos	V (oscuro)	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C, HCl hasta pH < 2	1000	7 días
Hidrocarburos aromáticos policíclicos	V (oscuro)	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C, HCl hasta pH < 2	1000	7 días
Plaguicidas	V(S)	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C	1000	7 días
Detergentes (SAAM) <sup>(3)</sup>	P o V	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C	250	24 hrs.
Calcio	P(A) o V(A)	HNO <sub>3</sub> hasta pH < 2	1000	1 mes
Níquel	P(A) o V(A)	HNO <sub>3</sub> hasta pH < 2	1000	1 mes
Cobre	P(A) o V(A)	HNO <sub>3</sub> hasta pH < 2	1000	1 mes
Cromo (VI)	P(A) o V(A)	Refrigerar a 4 <sup>o</sup> C	1000	24 hrs.
Plomo	P(A) o V(A)	HNO <sub>3</sub> hasta pH < 2	1000	1 mes
Nitratos	P o V	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> hasta pH < 2 y refrigerar a 4 <sup>o</sup> C	100	28 días

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>MANUAL DE MUESTREO</h1>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 5 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	--

Parámetro	Tipo de envase	Preservación	Volumen mínimo de muestra (mL)	Tiempo máximo de almacenamiento <sup>(1)</sup>
Fosfatos	P o V	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> hasta pH < 2 y refrigerar a 4 <sup>o</sup> C	100	28 días

P = Plástico, V = Vidrio, (S) = Vidrio lavado con solventes orgánicos, (A) = Lavado con 1+1 HNO<sub>3</sub>, SM = Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

(1) El tiempo máximo de almacenamiento puede ser menor para muestras de fiscalización y denuncia.

(2) Si el agua contiene cloro residual o algún otro halógeno agregue 0.1 ml de Tiosulfato de Sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) al 10%. Esta cantidad corresponde a un envase para 120 ml de muestra.

(3) Sustancias activas al azul de metileno (SAAM)

Fuente: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21a. Edición, APHA, AWWA, WEF.

Se debe tener en cuenta que muchos preservativos pueden quemar los ojos y la piel, y tienen que ser manejados con cuidado.

Los envases para muestras deben ser etiquetados señalando el tipo de químicos (preservativos) usados. Se debe asegurar que los envases que tienen preservativo puedan ser fácilmente identificados, ya que cuando se toman las muestras en el campo, se debe tener cuidado en no sobrellenarlas.

Las hieleras usadas para el transporte de las muestras tienen que ser bastante grandes para almacenar envases, materiales de empaque y hielo. Si es necesario, se deben llevar hieleras extra. Nunca se deben almacenar las hieleras y envases cerca de solventes, combustible u otras fuentes de contaminación o combustión. En tiempo caluroso, se deben mantener las hieleras y muestras en la sombra.

## 2.2. Provisiones para muestreo

A continuación se entrega una lista de provisiones que se deben considerar para el muestreo de calidad del agua:

### 2.2.1 Sobrevivencia en el Campo

- Mapa de localización de estaciones
- Cuaderno (libreta) de campo
- Piloto con tinta indeleble
- "Masking Tape"
- Botiquín de primeros auxilios, cuchillo
- Repelente contra insectos (lavarse bien las manos después de cada aplicación)
- Sombrero, bloqueador solar, agua para beber
- Lentes de sol o lentes de seguridad



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## MANUAL DE MUESTREO

**Código** : M-003  
**Revisión** : 2  
**Vigencia** : 25/01/10  
**Página** : 6 de 22  
**Aprobado** : AF

- Guantes de cuero y guantes quirúrgicos
- Zapatos de seguridad, botas de goma y/o botas altas impermeables
- Impermeable para lluvia
- Caja de herramienta con herramientas básicas
- Cinta para medir
- Linterna con pilas extras
- "Walky-talky," teléfono celular
- Binoculares
- Radio AM/FM para el tiempo
- Cuerda
- Extinguidor (tipo B)
- Casco liviano

### 2.2.2. Localización Física

- Cámara, rollo (o cámara digital)
- Mapa topográfico
- Cinta de medir
- GPS (Sistema de posicionamiento georeferencial)
- Fotografías aéreas (opcional)

### 2.2.3. Medición de Parámetros de Campo

- Medidor multiparámetros portátil (pH, oxígeno disuelto, y temperatura)
- Termómetro
- Disco Secchi
- Cinta indicadora de pH
- Copias de los manuales de los fabricantes del equipo de campo

### 2.2.4. Muestreo

- Hieleras selladas y envases de muestreo
- Bolsas de hielo
- Bolsas plásticas de polietileno (tipo Ziploc)
- Papel toalla
- Preservativos (Ej. HNO<sub>3</sub> y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
- Envases (de vidrio y de plástico)
- Guantes quirúrgicos
- Cinta de embalaje
- Piloto con tinta indeleble

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 7 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	--

- Etiquetas
- Cadenas de Custodia
- Carteles plastificados con el nombre de cada estación (para registro fotográfico)
- Plan de muestreo

### 2.2.5 Limpieza/Descontaminación

- Agua destilada
- Bolsa de plástico para contener equipo desechable
- Guantes de quirúrgicos
- Gel alcoholado

### 2.3. Preparación de equipo de muestreo y de campo

La obtención de muestras representativas requiere muchas provisiones y equipo.

Se recomienda revisar y calibrar el equipo dentro de 24 horas antes del muestreo. Además, se recomienda re-calibrar los medidores de pH y oxígeno disuelto en el campo antes de usarlos o según indicación del fabricante.

Se recomienda revisar todo el equipo electrónico y que las baterías (pilas) operen apropiadamente.

Inspeccionar la separación de las columnas en termómetros de vidrio.

Descartar tubería y cables agrietados o descoloridos. Si existen dudas respecto a las condiciones de un equipo en particular, se recomienda llevar uno de reemplazo.

Siempre se debe descontaminar el equipo antes de usar.

### 2.4. En campo

La colecta de muestras no sólo involucra el proceso de adquirir físicamente la mejor muestra posible para el futuro análisis, sino también el caracterizar el ambiente en el cual fue colectada la muestra, y su manejo para que garantice su representatividad para el objetivo propuesto.

El manejo apropiado de las muestras incluye el uso de guantes quirúrgicos. Los guantes no sólo protegen al personal de campo, sino también evitan la contaminación potencial de la muestra. Siempre se deben usar guantes desechables sin polvo.

#### 2.4.1. Preparación para la colecta

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 8 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	--

La colecta de muestras involucra el transporte de todos los artículos necesarios para la estación de muestreo, la colecta de apuntes de campo, la instalación de instrumentación, envases de muestreo y lavados de descontaminación.

El primer paso es medir los parámetros de campo, luego medir el flujo del río. Después de la colecta y preservación de las muestras, se debe descontaminar y guardar el equipo.

### **2.4.1.1. Limpieza del equipo de muestreo**

Todos los equipos que estuvieron en contacto con una muestra de calidad del agua o una estación de muestreo deben ser limpiados cuidadosamente antes de volver a usarlos.

### **2.4.1.2. Calibración del equipo de campo**

El equipo de campo usado para medir los parámetros físicos tiene que ser calibrado antes de que se puedan tomar las muestras de calidad del agua. Se recomienda leer siempre las indicaciones del fabricante donde se describen la operación y calibración de los equipos. Se deben llevar copias de los manuales del fabricante al campo.

Los resultados de la calibración se deben documentar de acuerdo a estos procedimientos y anotar los resultados en la libreta de campo.

### **2.4.1.3. Ubicación y descripción de la estación de muestreo**

La ubicación y el número de identificación de una estación de muestreo (punto de monitoreo) de calidad del agua deberán ser exactamente marcados en un mapa a escala grande con una X, círculo o punto.

Además, si es posible, se recomienda dibujar bosquejos de la estación que incluya caminos, casas, árboles y otros puntos de referencia no mostrados en las cartas topográficas los cuales ayudan a ubicar las estaciones de muestreo.

### **2.4.1.4. Fotografías de la Estación**

Para mantener un registro fotográfico de cada estación, se recomienda lo siguiente:

- Sacar fotos del sitio en cada visita desde los puntos-de-foto establecidos y constantes. El punto-de-foto preferido se determina naturalmente, como un árbol o roca grande. Por ejemplo, el fotógrafo puede recargar su espalda en el tronco de un árbol específico

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 9 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	--

para sacar una de las fotografías requeridas en cada visita al sitio. Si no hay puntos de referencia naturales en un sitio dado, se debe tratar de marcar el punto-de-foto de una manera semipermanente, por ejemplo un montón de piedras. Se deben describir los puntos-de foto en detalle en la libreta de campo. Anotarlos en los archivos del sitio como una parte permanente del mismo.

- Incluir a una persona en la foto del punto de muestreo para mostrar la escala. Para una estación de agua superficial, se deben sacar dos fotos 1) Río arriba del punto de muestreo mirando al punto de muestreo río abajo; 2) Río abajo del punto de muestreo mirando al punto de muestreo río arriba.
- Sacar fotos adicionales si se da cuenta de que hay un cambio significativo en los alrededores del sitio, como erosión excesiva del canal, asolvamiento intenso, construcción reciente u otros cambios biológicos o ecológicos que requieran documentación. En las fotos, se deben destacar los aspectos que cambiarían la calidad del agua.

#### 2.4.1.5. Determinación de las coordenadas de la estación

Para cumplir con los estándares del manejo de datos, se deben medir y anotar las coordenadas en sistema métrico UTM, lo que facilita su graficación en un plano. Para lo cual se utilizará un instrumento portátil del sistema de posicionamiento georeferencial (GPS). Se recomienda que en cada estación de monitoreo se deje el GPS unos 5 minutos encendido de manera de lograr su conexión a la mayor cantidad de satélites y de esta manera, mejorar la exactitud del instrumento.

#### 2.4.2 Colecta de la muestra

Cuando los pasos necesarios para la preparación del muestreo se hayan terminado, se estará listo para coleccionar las muestras. El primer paso es medir los parámetros de campo, luego se realiza la colecta y preservación de la muestra.

La colección de las muestras tiene cuatro componentes importantes que siempre deben tenerse en cuenta.

- A. El primero y el más importante es la **salud y la seguridad personal**. Por lo tanto, se debe asegurar que tanto el jefe del muestreo así como todo el personal que está bajo su supervisión hayan tenido el entrenamiento apropiado de seguridad.



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 10 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

- B. El segundo componente más importante es la **colecta de la muestra representativa**. El objetivo principal de cualquier plan de muestreo es coleccionar una muestra que representa la calidad del agua a ese punto en tiempo.
- C. El tercer componente es el **control de calidad**
- D. El cuarto componente más importante es el **mantenimiento de archivos**. Los archivos completos y precisos son esenciales.

### 2.4.2.1. Guías de salud y seguridad

Antes de realizar un muestreo de calidad del agua, las personas deberán estar enteradas de los requisitos apropiados relacionados con salud y seguridad. Debido a que muchas veces la colección de muestras se hace en sitios contaminados o lejos de atención médica inmediata, es importante lo siguiente:

- Recibir entrenamiento de seguridad personal a un nivel apropiado para los tipos de químicos que se pueden encontrar o manejar;
- Nunca salir solo al campo;
- Determinar la ubicación del hospital, clínica o médico más cercanos;
- Notificar a otros de su itinerario y ubicaciones;
- Tomar precauciones contra cazadores, reptiles venenosos e inundaciones repentinas;
- Llevar identificación. Además, si es posible, llevar un teléfono o radio de comunicación y
- Cuando se manejan preservantes tal como ácido, siempre se deben usar lentes de seguridad y guantes no contaminados.

### 2.4.2.2. Colecta de muestra representativa

#### Tipo de muestra

Existen dos tipos de muestras: simples o puntuales y compuestas o integradas.

#### Puntual o simple:

Muestra recolectada en un sitio específico durante un periodo corto, de minutos a segundos. Representa un instante en el tiempo y un punto en el espacio del área de

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 11 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

muestreo. Las muestras puntuales discretas son aquellas que corresponden a un sitio seleccionado, a una profundidad y tiempo definidos. Una muestra puntual integrada en profundidad corresponde a la que es recolectada a profundidades definidas de la columna de agua, en un sitio y tiempo seleccionados. El diseño del muestreo deberá tener en consideración descargas cíclicas o temporales del cuerpo receptor en estudio.

### Compuesta o integrada o balanceada:

Provee un muestreo representativo de matrices heterogéneas, en la cual la concentración del o los analito (s) de interés pueden variar su concentración en el espacio o el tiempo. Las muestras compuestas pueden combinar porciones de varias muestras simples o las provenientes de sistemas automáticos de extracción. Las muestras integradas en el tiempo recurren a muestreadores con bombeo a un flujo continuo constante de muestra o la mezcla de volúmenes iguales recolectados a intervalos regulares. Existen muestreadores continuos que permiten recolectar submuestras variando el caudal de bombeo en función de las variaciones de flujo del cuerpo o conducto de agua. Hay sistemas automáticos comerciales provistos con control de temperatura para la preservación de la muestra durante el periodo de muestreo. Su utilización deberá tener en cuenta un cuidadoso diseño en función del propósito del estudio y características del sistema de muestreo empleado.

Ventajas de muestras compuestas:

- Reducción de costos de análisis
- Muestras más representativas de matrices heterogéneas
- Mayor volumen de muestra cuando el volumen es limitado.

Tipos de muestras compuestas

- **Muestreo a profundidad integrada** (Depth integrated sampling): Se obtiene mezclando dos o más partes iguales recolectadas en profundidades predeterminadas en la columna de agua (vertical) entre la superficie y el fondo.
- **Muestreo integrado por área** (Area integrated sampling) Se obtiene combinando una serie de muestras tomadas en varios puntos distribuidos espacialmente en el cuerpo de agua, usualmente todos a una misma profundidad o en intervalos de profundidad predeterminados.
- **Muestreo integrado por tiempo** (Time integrated sampling) Se obtiene mezclando volúmenes iguales de agua recolectada en el mismo punto en intervalos de tiempo específicos.
- **Muestreo integrado de descargas** (Discharge integrated sampling): Para este muestreo es necesario recolectar muestras y medir la descarga en intervalos periódicos dentro del periodo de interés. Comúnmente, se muestrea cada 2 horas por

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 12 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

24 horas. El compuesto se obtiene mezclando las porciones individuales de la muestra que son proporcionales a la rata de descarga al momento de la toma de muestra.

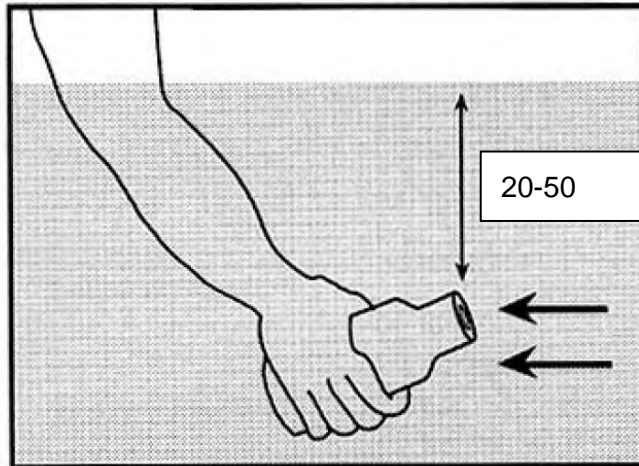
### 2.4.2.3. Cómo tomar la muestra (aguas superficiales)

Para las muestras de ríos, arroyos y lagos siempre tenga presente lo siguiente:

- Tener cuidado con inundaciones repentinas. Si un evento de inundación es probable y año a año se tienen que obtener las muestras, por la seguridad de las personas se recomienda que siempre se vaya al campo en equipos de dos personas. Además, se debe tener contemplado siempre una ruta fácil de escape;
- Seleccionar una localización de muestreo en o cerca de una estación de aforo para que se pueda relacionar la descarga del río con la muestra de la calidad del agua. Si no existe una estación de aforo, se recomienda medir la velocidad de flujo en la hora del muestreo;
- Ubicar un canal derecho y uniforme para muestrear;
- Utilizar puentes o botes para ríos y lagos profundos en donde el andar en el agua es peligroso o no práctico;
- No coleccionar muestras a lo largo de las orillas puesto que ellas pueden no ser representativas de todo el cuerpo de agua; y
- Utilizar guantes (quirúrgicos) cuando se colecta la muestra.

### Método directo

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>MANUAL DE MUESTREO</h1>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 13 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---



Se sumerge el envase directamente en el agua y deje que se llene. Se debe tener cuidado que no entre material flotante y que la boca de la botella apunte contra corriente o flujo (no use botellas con preservativo ya incluido).

### Toma de muestra con muestreador

- Para la muestra en ríos y lagos, generalmente es suficiente sumergir un recipiente (muestreador) a la profundidad indicada.
- Se enjuagan los envases 3 veces con la muestra (no aplica si ya contiene preservativo).
- Luego se llenan los diferentes envases.

#### **2.4.2.4. Cómo tomar la muestra (efluentes de aguas residuales)**

- La muestra siempre debe tomarse en el mismo punto dentro del efluente para asegurar representatividad.
- La ubicación de puntos representativos es donde el efluente se mezcla bien con el cuerpo receptor
- Se toman muestras simples cuando no se espera que la concentración del parámetro varíe significativamente en el tiempo, cuando se desea valorar eventos extremos o cuando el analito es tal, que el procedimiento de muestreo compuesto pudiera destruir la integridad o representatividad de la muestra, cuando la muestra debe ser enviada al laboratorio en el envase original (ejemplo VOCs, aceites y grasas)
- Se recomienda muestra compuesta cuando se espera variación en el tiempo o espacio. Las muestras simples para hacer la compuesta deben ser de igual volumen o proporcionales al flujo al momento del muestreo.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 14 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

- Cuando el flujo varía, se recomienda tomar muestra compuesta por flujo, por lo cual hay que medir el flujo del efluente, preferiblemente de manera continua. Se pueden utilizar automuestreadores mientras el material sea aceptable para que no afecte el análisis.

Cuando colecte muestras de efluentes de aguas residuales y en los cuerpos receptores de éstas, el recolector debe llevar equipo de protección personal (guantes, lentes de seguridad, botas de vadeo, etc.)

#### 2.4.2.5. Muestreo microbiológico

El muestreo microbiológico requiere cuidados adicionales para no contaminar las muestras ni el recipiente.

Nunca:

- Toque el envase por dentro
- Enjuague el envase
- Ponga la tapa del envase en el suelo mientras colecta la muestra
- No mezcle las matrices de agua (no mezcle muestras de aguas superficiales con muestras de aguas residuales o agua potable)

Siempre:

- Rotule la botella antes de tomar la muestra
- Colecte la muestra para análisis microbiológico primero

Si la botella estéril viene en una bolsa, solo sáquela de la bolsa cuando esté listo para colectar la muestra y para completar los datos de la muestra en el rotulado. Si sospecha que la muestra se ha podido contaminar, bótela y tome otra.

Para muestras de aguas superficiales usar el método directo.

- Rotule la botella
- Sostenga la botella en una mano por la base y con la otra mano quite la tapa.
- Tome la muestra a unos 30 cm de la superficie. Evite que entren partículas en la botella, metiéndola con el cuello hacia abajo.
- Voltee la botella hasta que el cuello apunte un poco para arriba, con la corriente contra la boca de la botella.
- Llene la botella hasta dejar unos 5 mm de espacio.
- Tape cuidadosamente y ponga la botella en la bolsa y selle.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 15 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

Las muestras para análisis microbiológico deben transportarse 1-4°C en hieleras con “ice packs”. Evite usar hielo.

Las muestras deben llegar al laboratorio a más tardar 24 horas después de coleccionar la muestra. En lo posible, las muestras deben llegar el mismo día al laboratorio.

Las muestras microbiológicas deben ser sujeto del mismo control de calidad que las muestras para análisis fisicoquímico.

### 2.4.3. Envasado y envío

Para reducir al máximo la posible volatilización o biodegradación entre la toma de muestra y el análisis, se deberá asegurar que los recipientes estén bien cerrados y protegidos de la luz y el exceso de calor, ya que las aguas superficiales son susceptibles a cambios debido al crecimiento de microorganismos.

Según el parámetro a analizar, inmediatamente después de llenar el recipiente, adicionar el preservativo y poner la muestra en una bolsa plástica (opcional), luego deben ser colocadas en hielo. Las muestras se mantienen a 4 °C o menos, pero por encima del punto de congelación a lo largo de toda la etapa de almacenamiento, manejo y transporte.

Las muestras de control de calidad deben ser empacadas de la misma manera que el resto para que el laboratorio no pueda identificarlas. Se anotarán todos los números de identificación en la libreta de campo.

Se notificará al laboratorio de la hora de entrega y la forma de envío de las muestras (avión, bus, mensajero, entre otros)

### 2.4.4. Cadena de custodia

Debido a que una muestra es evidencia física, se usan los procedimientos de cadena de custodia para mantener y documentar la posesión de la muestra desde la hora en que se colecciona la muestra hasta su ingreso al laboratorio. Los formatos de cadena de custodia varían entre laboratorios, pero en general presentan una estructura base que es común para todas ellas.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 16 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

Generalmente el laboratorio donde se realizarán los análisis envía junto con los envases del muestreo, los formatos de cadena de custodia. Si esto no ocurre con algún laboratorio en particular, se recomienda que las personas que realizarán el muestreo, manejen su propio formato de cadena de custodia. (ver formulario F-024).

Cabe destacar la importancia de este documento, que junto con servir de referencia para el laboratorio (debido a que en este formato se indican, entre otros, el tipo de muestra, los análisis a realizar en cada una de ellas, fecha y hora del muestreo, etc.) también es de vital importancia para hacer el seguimiento a las muestras y evitar con ello la pérdida o extravío de algunas de ellas.

Si una muestra está en custodia, esto quiere decir que se tiene posesión física de una muestra, se tiene en vista, o se ha sellado para prevenir la falsificación. Por lo tanto, el registro de un formato de custodia empieza cuando se reciban los envases de muestra del laboratorio. Desde este punto en tiempo, un registro de formato de custodia acompañará siempre los envases de muestra hasta su ingreso para análisis en el laboratorio.

Cada gira o grupo de muestras requiere una cadena de custodia y una muestra individual podría requerir un registro de formato de custodia y un sello. Si no se sellan las muestras individuales, entonces se deben sellar los envases o hieleras en las cuales se transportan las muestras.

Cuando las muestras cambian de posesión, los dos individuos involucrados en el cambio deberán firmar y poner la fecha y la hora en el registro de formato de custodia.

Si un consignatario de embarques no quiere firmar, se deben sellar las muestras y los documentos de formato de custodia en una caja o hielera con sellos de botella o cinta de evidencia. El recipiente sujetará las hojas de formato de custodia a las facturas de envío que muestran las fechas y horas de cambio.

Si se dividen las muestras y se mandan a más de un laboratorio, entonces se debe preparar un formato de cadena separado para cada laboratorio.

#### **2.4.5. Control de calidad**

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 17 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

Las muestras de control de calidad serán empacadas de la misma manera que el resto para que el laboratorio no pueda identificarlas.

Para el control de calidad del muestreo existen los blancos y los duplicados.

*Blanco de campo:* Se llena un envase con una muestra de agua ultrapura en el campo, se preserva y se transporta igual que las otras muestras. Sirve para detectar contaminación por las condiciones de muestreo. 1 blanco/día o 1 blanco/20 muestras, lo que dé mayor frecuencia.

*Blanco de frasco:* Antes de comenzar el muestreo se toma un envase y se llena con agua destilada y se conserva de igual forma que las muestras, se envía al laboratorio para su análisis como una muestra más. Sirve para detectar cualquier contaminación del envase. 1 blanco/día o 1 blanco/20 muestras, lo que dé mayor frecuencia.

*Blanco de transporte:* los frascos se llenan en el laboratorio con agua ultra pura y son enviados al lugar de muestreo y retornados al laboratorio para su análisis. No son manipulados en el muestreo. Sirve para detectar contaminación por fallas en la conservación y transporte. 1 blanco/hielera

Se recomienda tomar una muestra duplicada, la que servirá para verificar la precisión de los análisis de laboratorio. Se recomienda coleccionar una muestra duplicada de una estación en donde se cree que hay niveles altos de un compuesto particular. Esta muestra no es una muestra adicional, sino una designación especial para una que ya existe.

Se anotarán todos los números de identificación en la libreta de campo.

#### **2.4.6. Registros de campo**

La colecta moderna de muestras en el campo requiere documentación adecuada para la certificación y control de calidad. Se recomienda mantener un archivo separado para cada estación. El archivo de la estación de muestreo puede contener apuntes detallados que describan como se tomaron las muestras, medidas de campo, análisis de laboratorio, solicitud de permisos, registros de la cadena de custodia, mapas, fotos y correspondencia.



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 18 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

Es necesario que estos registros sean tan legibles y completos como sea posible ya que son de mucha importancia como documentos oficiales y legales.

El proceso de anotación se puede acelerar si una persona lleva a cabo el muestreo mientras que otra persona toma nota. Se recomienda que los siguientes datos sean anotados con tinta indeleble:

- Identificación del muestreador;
- Hora y fecha del muestreo;
- Condiciones climatológicas importantes, anteriores y actuales;
- Descripción del muestreo (tipo, volumen, simple o compuesto);
- Ubicación del sitio (preferentemente catastral y las coordenadas en sistema métrico UTM);
- Identificación de la muestra (número del proyecto);
- Resultados de las medidas de campo;
- Temperatura del aire
- Aspecto de la muestra;
- Método(s) de muestreo;
- Tipo de análisis para las muestras colectadas;
- Firmas de la (o las) personas que escriben en la libreta de campo;
- Métodos de conservación de la muestra;
- Observaciones y comentarios (accesibilidad, resultados de calibración, peligros encontrados, organismos acuáticos presentes, fauna, actividades antropogénicas, composición del fondo del río, fotos, etc.) y
- Resultados de la calibración de los medidores de campo.

### 2.4.7. Medición de parámetros en campo

La medición de parámetros en el campo involucra el uso de equipo e instrumentación especializada. Es necesario que el recolector siempre lleve una copia del(los) manual(es) del equipo y que se mantenga una bitácora o registro de la calibración, operación y mantenimiento del equipo usado para las mediciones en campo.

Medir y anotar los parámetros de temperatura, conductividad eléctrica, pH y oxígeno disuelto en una sección del flujo del río no perturbada. Mida cualquier otro parámetro adicional según el programa de monitoreo aprobado.

#### 2.4.7.1. Temperatura:

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 19 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

- Mida la temperatura con una sonda multiparamétrica o un termómetro que haya sido calibrado o verificado contra un termómetro certificado.
- Mida la temperatura directamente en el agua permitiendo que el termómetro llegue al equilibrio antes de registrar la lectura.
- Para aguas profundas, colecte una muestra simple con el muestreador de profundidad y vacíe el agua en una botella de campo (nunca use una botella destinada para muestras que serán enviadas al laboratorio) y mida la temperatura inmediatamente, siempre permitiendo equilibrio antes de registrar la lectura.

### 2.4.7.2. Oxígeno disuelto:

El OD se puede medir por titulación (método Winkler) o por sonda de membrana. Ambos son confiables, pero ambos requieren de cuidados para que la medición se haga correctamente. Los medidores son un método conveniente y el método usado más comúnmente. Un medidor de membrana de OD bien calibrado es mejor para obtener un perfil a profundidad en un lago o un río profundo. La colecta de muestra para mediciones de OD requiere cuidado especial, ya que cualquier contacto entre la muestra y el aire alterará los resultados. Si lo que se desea es determinar el porcentaje de saturación, entonces se debe medir la temperatura en el mismo punto y al mismo tiempo que se colecta la muestra. Además, si se desea determinar el % sat exacto, se debería medir la presión barométrica o altitud.

#### Método Winkler

(a) Si se está usando un muestreador para OD, la muestra puede colectarse directamente en una botella de DBO que se usa para muestreo para OD. Este muestreador enjuaga 3 volúmenes de agua antes de llenarse (minimizando el contacto con el aire). Si este muestreador se utiliza, pase directamente al paso (c). Sino, se puede usar una botella Van Dorn. En aguas poco profundas, use una bomba manual o un cubo con una tubo de drenaje en la parte de abajo.

(b) Cuando la muestra se ha colecta con una botella Van Dorn o un cubo, entonces, transfiera la muestra a una botella de DBO de 250 ó 300 mL inmediatamente. Permita que el agua fluya continuamente cuidando que no se hagan burbujas. Espere hasta que se haya sobrellenado la botella aproximadamente unas 3 veces de su capacidad y retire el tubo suavemente.

(c) Inmediatamente, añada cuidadosamente el agente floculante (típicamente una cantidad premedida en una almohadilla o vial; usualmente 1 mL de MnSO<sub>4</sub> y Azida). Tape, asegurándose que no quede aire atrapado en la botella. Mezcle invirtiendo la botella. Permita que el precipitado caiga al fondo y mezcle vigorosamente nuevamente. En este punto, el análisis puede suspenderse por hasta 8 horas (cuando se tienen varias muestras

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 20 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

para procesarlas al mismo tiempo). En el interim, las muestras deben protegerse de la luz. Colóquelas en una hielera para transporte al laboratorio.

(d) Añada 1 mL de ácido sulfúrico concentrado. Tape cuidadosamente y agite la botella hasta que todo el precipitado se haya disuelto.

(e) Mida 100 mL de la muestra y transfiera a un frasco Erlenmeyer de 250 mL.

(f) Titule con una solución de tiosulfato de sodio de 0.005M (valorada). Titule hasta conseguir un tono amarillo pálido.

(g) Añada 2 gotas de solución de almidón, mezcle hasta obtener un color azul uniforme y titule cuidadosamente, pero rápidamente hasta llegar al punto final, cambio de azul a transparente. Apunte el volumen usado para la titulación.

(h) Calcule la concentración de OD así:

$$\text{mgO}_2/\text{L} = \frac{(\text{mL tiosulfato de sodio}) (\text{molaridad del tiosulfato}) (8000)}{(\text{mL muestra})(\text{mL of bottle} - 2/\text{mL of bottle})}$$

### Medidor de OD (sonda)

- Siga las instrucciones del fabricante para almacenamiento, transporte, calibración y uso del medidor de OD.
- Mida el OD en el mismo punto donde midió la temperatura. Para mediciones a profundidad, obtenga lecturas de OD en incrementos de 1-2 metros durante el descenso y ascenso de la sonda. Permita que la sonda se equilibre antes de tomar la lectura.
- Si pasa por una zona con cambios de temperatura (una termoclina por ejemplo), permita que la sonda se equilibre unos 5 minutos.
- Cuando la membrana de la sonda se deteriora, debe cambiarse para evitar la contaminación del sensor.
- No deben haber burbujas bajo la membrana.
- No permita que la sonda permanezca sumergida en un cuerpo de agua con un OD <0.5 mg/L) porque esto dañará la sonda.
- Los medidores de OD requieren mantenimiento anual y nunca deben guardarse por periodos largos de tiempo con las baterías adentro. Las sondas requieren limpieza. Se debe poner una etiqueta con la fecha de mantenimiento y cambio de baterías.

### 2.4.7.3. Conductividad:

- Siga las instrucciones del fabricante para almacenamiento, transporte, calibración y uso del medidor.
- Verifique contra un patrón de conductividad.
- Mida la conductividad en el mismo punto donde midió la temperatura. Para mediciones a profundidad, obtenga lecturas en incrementos de 1-2 metros durante el

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>MANUAL DE MUESTREO</h2>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 21 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

descenso y ascenso de la sonda. Permita que la sonda se equilibre antes de tomar la lectura.

- Verifique las lecturas de su medidor enviando muestras al laboratorio.
- Debido a que la conductividad cambia con la temperatura, se debe corregir por temperatura. Usualmente el medidor de conductividad tiene hace la corrección automáticamente. Asegúrese que su medidor esté trabajando correctamente y que esté haciendo la corrección. Si esta función no está disponible, recuerde hacer la compensación por temperatura manualmente

#### 2.4.7.4. pH:

- Siga las instrucciones del fabricante para almacenamiento y preparación de los electrodos.
- Saque los electrodos de la solución de almacenamiento y enjuáguelos con agua desionizada o destilada. Si el electrodo está taponado o cerrado, ábralo antes de tomar las lecturas.
- Calibre el medidor usando dos amortiguadores o buffers en el rango de lectura esperado (generalmente pH 7 y 4). Introduzca cada electrodo en cada solución por lo menos por un minuto. Enjuague bien con agua destilada entre cada solución. Si la lectura de la solución no corresponde al buffer, ajuste el medidor y registre la discrepancia en la bitácora de campo. Repita este proceso antes del final del día de muestreo.
- Las muestras deben estar a la misma temperatura o similar (temperatura ambiente) que los buffers o el medidor debe tener una sonda para compensación por temperatura.
- Nunca calibre con un solo buffer.
- Sumerja el electrodo directamente en el agua o en la botella de campo. Permita que equilibre antes de tomar la lectura.
- Verifique las lecturas de campo periódicamente contra lecturas hechas en el laboratorio.

#### 2.4.7.5. Aforo de ríos

Antes de coleccionar las muestras de la calidad del agua, se debe anotar la velocidad de flujo del río en la estación seleccionada. La medida del flujo del río es importante para estimar la carga de contaminación y otros impactos.

#### 2.4.8. Buenas prácticas para la colecta y manejo de muestras

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>MANUAL DE MUESTREO</h1>	<p><b>Código</b> : M-003  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 25/01/10  <b>Página</b> : 22 de 22  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	-----------------------------	---

Es más fácil y más seguro manejar las muestras del agua cuando se siguen los siguientes pasos consistentemente:

- Usar guantes protectores apropiados.
- Sellar las botellas.
- Usar sólo tinta impermeable (indeleble) cuando se escriban las etiquetas.
- Asegurar las etiquetas con cinta transparente alrededor de la botella.


Poner un termómetro en la hielera de envío para asegurar que las muestras estén suficientemente preservadas cuando van en camino al laboratorio.

### 3. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.
2	Ajustes en la tabla de toma de muestras y preservación. Referencias a registros. Aclaración de materiales a utilizar. Descripción de la composición del agente floculante.



**Capítulo 2      Equipo**

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p>Cromatografía Líquida (ICS-900)</p>	<p>Código : Revisión : 2 Vigencia : 20/01/12 Página : 1 de 7 Aprobado : YE</p>
---	--	--

## 1. Mantenimiento

La presente sección describe los procedimientos rutinarios de mantenimiento para el ICS-900, que pueden ser llevadas a cabo por sus usuarios. Todo otro procedimiento de mantenimiento debe ser llevado a cabo por el personal de Dionex.

### ▪ Según se Necesite

- a) Preparar eluyente fresco
- b) Examinar periódicamente la botella de eluyente y rellenarla cuando lo necesite.
- c) Cada vez que se rellena la botella de eluyente, vaciar al mismo tiempo la botella para regenerante, enjuagarla y rellenarla con regenerante fresco. Vuelva a colocar el deslizador de **“Eluyente Remaining”** en el tablero de control del ICS-900.
- d) Verifique contrapresión. Utilice uno o dos bobina de contrapresión.

Flujo	Cantidad de bobina
1.5 a 3.0mL/min	1(Negro)
0.5 a 1.5mL/min	2(Negro)


### ▪ Diariamente

- a) Examinar el tablero de montaje para componente del ICS-900 en caso de fugas o derrames. Aislar y arreglar fugas. Enjuagar con agua desionizada cualquier eluyente o regenerante que se haya secado.
- b) Examinar el contenedor de residuos y vaciarlo, si se lo requiere.

### ▪ Semanalmente

- a) Examinar las líneas de fluido con respecto a ondulación o descoloración. Relocalizar cualquiera línea apretada/contraída. Reemplazar las líneas dañadas.
- b) Examinar la parte trasera de la cabeza de la bomba y debajo de la la misma para detectar evidencias de fugas líquidas. La fricción y desgaste normal



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p>Cromatografía Líquida (ICS-900)</p>	<p>Código : Revisión : 2 Vigencia : 20/01/12 Página : 2 de 7 Aprobado : YE</p>
---	--	--

pueden gradualmente resultar en pequeñas fugas líquidas alrededor del sello de émbolo. Si esto no se verifica, estas fugas pueden gradualmente contaminar el pistón, dándose como consecuencia el mal funcionamiento de la bomba. Si ocurren fugas en el equipo, reemplace los sellos de émbolo.

▪ **Anualmente**

- a) Cambiar los sellos de bomba.
- b) Reconstruir la válvula de inyección.



**anam**  
Laboratorio de Calidad  
Ambiental

## Cromatografía Líquida (ICS-900)

Código :  
Revisión : 2  
Vigencia : 20/01/12  
Página : 3 de 7  
Aprobado : YE

### 2. Detalles sobre la Composición del Sistema

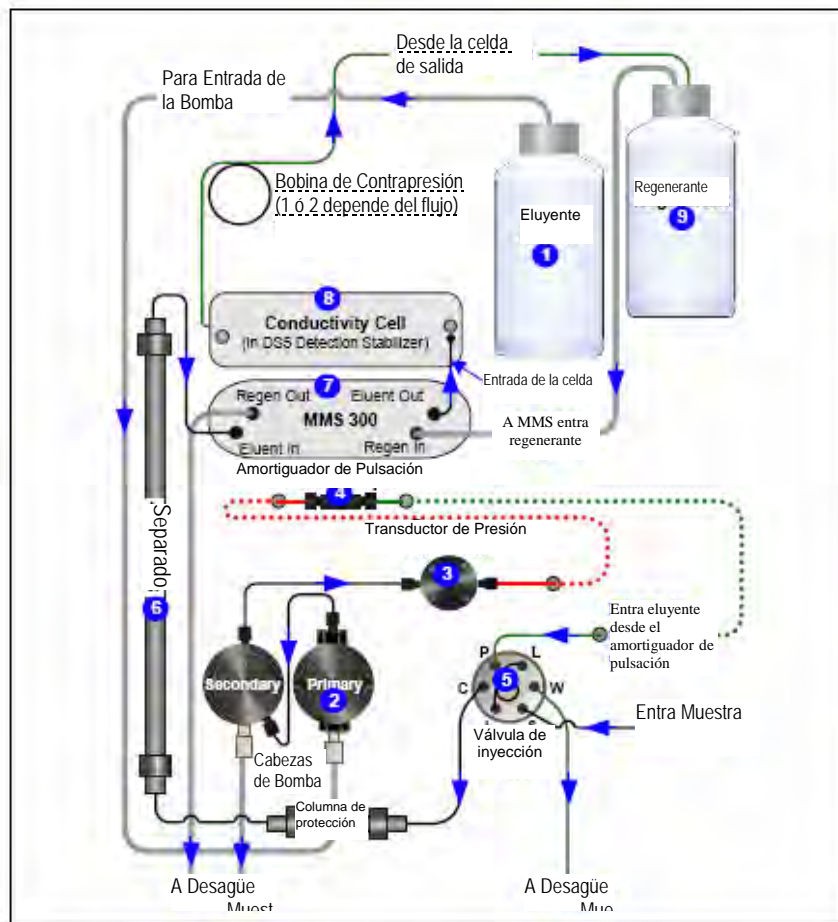



Figura 2-1 Trayectoria del Flujo a través del ICS-900

#### 2.1 Bomba

- a) La bomba ICS-900 es un sistema que funciona con base a un microprocesador isocromático que equaliza la duración de los movimientos (isocronismo) del eluyente en su recorrido. Su velocidad variable, un diseño de series de doble pistón, garantiza el bombeo sin pulsación para gran parte de las aplicaciones más complejas.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p>Cromatografía Líquida (ICS-900)</p>	<p>Código : Revisión : 2 Vigencia : 20/01/12 Página : 4 de 7 Aprobado : YE</p>
---	--	--

- b) La cabecera de la bomba primaria bombea eluyente a la bomba secundaria. La válvula de antirretorno, la cual impide el flujo inverso dentro de bomba, está localizada en el fondo (entrada) y en la parte superior (salida) de la cabecera primaria de bomba.




Figura 2-2 Los Componentes de Bomba para el ICS-900

- c) La cabecera secundaria de bomba lleva eluyente al transductor de presión. La válvula de desagüe está localizada en la delantera de la cabecera secundaria de bomba. Para abrir la válvula de desagüe, se requiere dar una vuelta y media al botón en sentido contrario al de las agujas de reloj. Cuando la válvula de desagüe se encuentre en posición de apertura, todo material evacuado es dirigido hacia el desagüe.

## 2.2 Transductor de Presión

- a) El transductor de presión mide la presión del sistema en el punto donde el eluyente fluye de la válvula de antirretorno de salida de la cabecera de bomba. Las lecturas de presión indican que el sistema de bombeo fluye de manera pareja y exacta. Las lecturas de presión podrán ser monitoreadas haciendo referencia a Chromeleon o Chromeleon Xpress.
- b) La presión del sistema debe permanecer consistente (No mayor a 3% de diferencia de una lectura de presión a la próxima). Los límites altos y bajos podrán ser utilizados para controlar el flujo de bomba, si se excede el límite. Los límites de presión se establecerán según Chromeleon (en el cuadro de

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p>Cromatografía Líquida (ICS-900)</p>	<p>Código : Revisión : 2 Vigencia : 20/01/12 Página : 5 de 7 Aprobado : YE</p>
---	--	--

diálogo de las Propiedades de Configuración del Servidor o en el programa de Chromeleon o Chromeleon Xpress).

### 2.3 Amortiguador de Pulsación (Pulse Damper)


- a) La producción de flujo proveniente del transductor de presión llega al amortiguador de pulsación, que allana variaciones menores de presión. De ahí, el flujo es dirigido a la válvula de inyección y luego hacia el resto del sistema de cromatografía.

### 2.4 Válvula de Inyección con Carga de Muestra

- a) La válvula de inyección es una válvula “Rheodyne” que consta de seis puertos y se activa eléctricamente. Un lazo de muestra de 10 $\mu$ L (P/N 042949) es instalado en la válvula al fabricarlo. La válvula cuenta con dos posiciones operativas: Cargar e Inyectar. El eluyente fluye por el curso de Cargar o de Inyectar, según la posición de la válvula.
- b) En la posición de Cargar, la muestra es cargada al lazo de la muestra, donde es retenida hasta que se realiza la inyección. El eluyente fluye de la bomba, por la válvula, y a la columna, desviando el lazo de la muestra. La muestra fluye de la jeringa o de la línea del muestreador automático (sujeto a su instalación), por la válvula, y en el lazo de muestra. La parte excedente de muestra fluye a desagüe.
- c) En la posición de inyección, la muestra es barrida a la columna para su análisis. El eluyente fluye de la bomba, por el lazo de la muestra, y a la columna, transportando los componentes del lazo de la muestra con el mismo.

### 2.5 Supresor de Micro Membrana MMS 300

- a) El supresor de MMS 300 reduce la conductividad eluyente y mejora la conductividad de los iones de muestra, lo cual contribuye a aumentar la sensibilidad de detección. Un flujo constante de regenerante sobre la membrana restaura la capacidad de supresión del MMS 300. Un proceso llamado Desplazamiento de Regeneración Química (DCR---Displacement Chemical Regeneration) empuja al regenerante de la botella de regeneración a través del supresor.
- b) La Regeneración Química por Desplazamiento (Displacement Chemical Regeneration-DCR) es el proceso que restaura la capacidad del supresor MMS 300 para suprimir eluyente. En el DCR, el eluyente que sale de la celda


 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p>Cromatografía Líquida (ICS-900)</p>	<p>Código : Revisión : 2 Vigencia : 20/01/12 Página : 6 de 7 Aprobado : YE</p>
---	--	--

es bombeado a la botella de regenerante. El eluyente ejerce presión sobre la botella y empuja el regenerante hacia el supresor. Sin embargo, debido a que el eluyente tiene una densidad diferente a la del regenerante, este permanece segregado. En el proceso del anión DCR, el eluyente es menos denso que el regenerante y permanece en la parte superior de la botella, forzando el regenerante hacia la línea de regenerante en el fondo de la botella y fuera hacia el supresor. Conexiones a la botella de regenerante difieren dependiendo si el sistema ha de correr una aplicación de anión o de catión. Botellas de regenerante para cada tipo de aplicación están disponibles (montaje de botella de regenerante anión: P/N 068222; montaje de botella de regenerante catión: P/N 068223).

- Para reemplazar supresor, se utilice jeringa de plástico como siguiente: Inyecte aproximadamente 3mL de 200mN de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por puerto de “Eluent out” y 5mL de 200mN de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por puerto de “regen in” respectivamente.
- Luego, deja supresor como está y espere aproximadamente 20 minutos para hidratar completamente pantalla y membrana de supresor.
- Conecte supresor al equipo.

## 2.6 Celda de Conductividad y Estabilizador de Detección/Rectificación DS5


- a) La celda de conductividad de temperatura constante contiene dos electrodos 316 de acero inoxidable que están sellados permanentemente al cuerpo de la celda PEEK. La celda mide la conductancia de los iones de analito (analyte ions) al estos pasar por la celda.
- b) La temperatura afecta de forma directa la conductividad de la solución. Por ejemplo, los sistemas de calefacción y de aire acondicionado del laboratorio pueden causar un ciclo lento en la línea base de forma regular. Esto a su vez, puede afectar la reproducibilidad de un análisis. Entre más alta es la conductividad, más pronunciado se torna el efecto. El calentamiento de conductividad directa es utilizado en la celda de conductividad para proveer control y compensación de temperatura. Un intercambiador de calor dentro de la celda ICS-900 regula la temperatura. Todos los datos son recolectados bajo 40°C (104°F). La célula es albergada dentro del Estabilizador de Detección DS5 (P/N 067761), que permite insular la célula de la fluctuación en la temperatura ambiental.
- c) La celda de conductividad comprende dos rangos límites de detección: 0 a 500 µS o 0 a 10,000 µS. Seleccione el rango dependiendo de las lecturas esperadas del detector para su aplicación. El rango preestablecido de 0 a 500 µS es adecuado para la mayoría de las aplicaciones. El rango límite de detección es

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p>Cromatografía Líquida (ICS-900)</p>	<p>Código : Revisión : 2 Vigencia : 20/01/12 Página : 7 de 7 Aprobado : YE</p>
---	--	--

establecido en el cuadro de diálogo de las Propiedades del programa de Configuración del Servidor Chromeleon.

### 3. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 1 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	--


## 1. Inspección y mantenimiento

Para un uso seguro del UV-1800, asegúrese de realizar las labores de inspección y mantenimiento del instrumento.

- a) **ADVERTENCIA** : No ser que se especifique lo contrario, asegúrese de apagar el UV-1800 y retirar el enchufe eléctrico de la toma de corriente antes de realizar las labores de inspección y mantenimiento. En caso de no hacerlo, pueden producirse incendios, choques eléctricos o un funcionamiento incorrecto del instrumento.
- b) **PRECAUCIÓN** : Al sustituir piezas, utilice siempre las especificadas en "Configuración del UV-1800" o " Piezas de repuesto". El uso de piezas distintas a las especificadas puede dañarlas, causando lesiones o un funcionamiento incorrecto del sistema.  
**NO** retire la cubierta del UV-1800. Si se hace caso omiso de estas instrucciones se pueden sufrir lesiones o un funcionamiento incorrecto del sistema.

### 1.1.1 Lista de elementos de inspección y mantenimiento periódico

Elemento de inspección y mantenimiento	A diario	1 año	2 año	3 año	Referencia
Inspección del compartimento de muestras	<input type="radio"/>				"1.2 Inspección del compartimento de muestras"
Comprobación del tiempo de uso de la lámpara	<input type="radio"/>				"1.3 Comprobación y restablecimiento del tiempo de uso de la lámpara"
Sustitución de la lámpara WI (lámpara halógena)			<input type="radio"/>		"1.4 Cambio de la fuente de luz"
Sustitución de la lámpara D2 (lámpara de deuterio)			<input type="radio"/>		"1.4 Cambio de la fuente de luz"

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 2 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	--


## 1.2 Inspección del compartimento de muestras

- a) **PRECAUCIÓN** : No derrame agua ni detergente orgánico en el UV-1800. En caso de hacerlo, puede producirse un fallo eléctrico o un funcionamiento incorrecto del instrumento.
- b) Al analizar la muestra de líquido, compruebe antes y después de la medición que no se ha derramado la solución de muestra en el compartimento de muestras. En caso de derramar una muestra de líquido, séquela inmediatamente.
- c) Si la solución de muestra se derrama en la parte inferior del compartimento, séquela después de retirar la unidad de compartimento de muestras. Para conocer el procedimiento de desmontaje/instalación de la unidad de compartimento de muestras, consulte la sección "Desmontaje/instalación de la unidad de compartimento de muestras (estándar)".

### NOTA

Si se deja la muestra derramada en el compartimento de muestras, se evapora y llena el compartimento, de modo que corroerá los componentes internos e interferirá en la precisión de los resultados de las mediciones.



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 3 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	--

### 1.3 Comprobación y restablecimiento del tiempo de uso de la lámpara

El UV-1800 cuenta con una función para grabar y mostrar el tiempo de uso acumulado de las lámparas WI (lámpara halógena) y D2 (lámpara de deuterio) empleadas como fuente de luz. Aunque el tiempo de uso acumulado se guarda en el instrumento tras su apagado, los datos se eliminarán si se produce cualquier problema eléctrico. Por tanto, si desea utilizar los datos de tiempo de uso mediante esta función como referencia para el cambio de lámpara, anote el tiempo de uso en el registro de inspección de forma periódica. Para conocer la vida útil de cada lámpara, consulte la sección "Especificaciones de la fuente de luz".

#### 1.3.1 Procedimiento de verificación

1. Pulse la tecla **F3** [ Mainte.] (Mantenimiento) de la pantalla del [Mode menu] (Menú modo).

```

Mode menu      550.0nm  0.0002A
1.Photometric
2.Spectrum
3.Quantitation
4.Kinetics
5.Time Scan
6.Multi-Component
7.Bio-Method
8.Utilities

Input item No.
LoadParm FileMng. Mainte. PC Ctrl

```

Fig. 1. 1

2. Aparecerá la pantalla de mantenimiento (Fig. 1.2), así como el tiempo de uso acumulado de las lámparas de fuente de luz.

3. Pulse la tecla **RETURN** para volver a la pantalla del [Mode menu] (Menú modo). (Fig. 1.1).

```

Maintenance
1.Validation
2.Instrument Baseline Correction
   Corrected date:05/12/28 15:12:10
3.Reset lamp usage time
   WI lamp usage time 32hours
   D2 lamp usage time 62hours
4.λ Recalibration
5.Security settings
   WI Lamp life : 2000hrs P/N:062-65005
   D2 Lamp life : 2000hrs P/N:062-65055-05
Input item No.

```

Fig. 1. 2

### 1.3.2 Procedimiento de restablecimiento

Después de cambiar la lámpara de fuente de luz, restablezca los datos de tiempo de uso acumulado mediante el siguiente procedimiento. Para obtener información sobre el cambio de la fuente de luz, consulte la sección "1.4.2 Procedimiento de cambio de la lámpara" El procedimiento para restablecer el tiempo de uso de la lámpara se indica a continuación, usando la lámpara D2 como ejemplo.

1. Pulse la tecla **F3** [Mainte.] (Mantenimiento) de la pantalla del [Mode menu] (Menú modo) (Fig. 1.3).

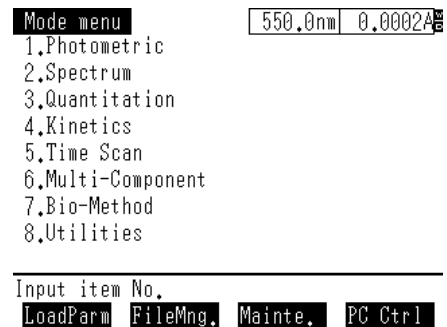


Fig. 1.3

2. Pulse la tecla **3** [3. Reset lamp usage time] (Restablecer tiempo de uso de lámpara) de la pantalla de mantenimiento (Fig. 1.4).

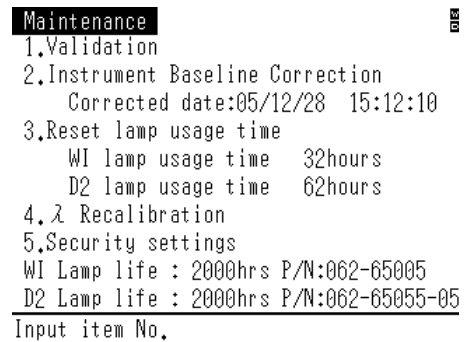


Fig. 1.4

3. Aparecerá la ventana para seleccionar la lámpara cuyo uso se desea restablecer. Use las teclas **▲** **▼** para mover el cursor a [D2 lamp] (Lámpara D2) (Fig. 1.5) y pulse la tecla **RETURN** .

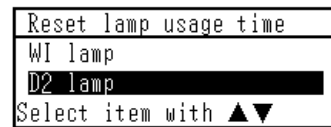



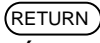


Fig. 1.5

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 5 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	--

4. Use las teclas   para seleccionar [Yes] (Sí) y pulse la tecla . El tiempo de uso de la lámpara se restablecerá.

```

Maintenance
1.Validation
2.Instrument Baseline Correction
   Corrected date:05/12/28  15:12:10
3.Reset Lamp usage time is reset.
   W Are you sure ?
   D Yes No
   λ Select item with < >
5.Security settings
   W1 Lamp life : 2000hrs P/N:062-65005
   D2 Lamp life : 2000hrs P/N:062-65055-05
-----
Input item No.

```

**Fig. 1. 6**


5. Regresará entonces a la pantalla [Maintenance] (Mantenimiento) (Fig. 1.7). Verifique que [D2 lamp usage time] (Tiempo de uso de lámpara D2) se restablece a "0 hours" ("0 horas").

```

Maintenance
1.Validation
2.Instrument Baseline Correction
   Corrected date:05/12/28  15:12:10
3.Reset lamp usage time
   W1 lamp usage time  32hours
   D2 lamp usage time   0hours
4.λ Recalibration
5.Security settings
   W1 Lamp life : 2000hrs P/N:062-65005
   D2 Lamp life : 2000hrs P/N:062-65055-05
-----
Input item No.

```

**Fig. 1. 7**

6. Pulse la tecla  para volver a la pantalla del [Mode menu] (Menú modo) (Fig. 1.3).

## 1.4 Cambio de la fuente de luz

### 1.4.1 Especificaciones de la fuente de luz

El UV-1800 utiliza dos tipos de lámparas de fuente de luz: lámpara D2 (lámpara de deuterio) y lámpara WI (lámpara halógena). La lámpara D2 y la lámpara WI se usan para la región ultravioleta (190 nm, longitud de onda del cambio de fuente de luz\*1) y la región infrarroja visible/cercana (longitud de onda del cambio de fuente de luz\*1), 1100 nm), respectivamente. Cuanto más se acerque el final de la vida útil de la lámpara, menor será la intensidad de la luz de la misma y mayor el ruido de los datos fotométricos. Cambie la lámpara de fuente de luz consultando la "Vida útil\*2" descrita en la siguiente tabla.

\*1 La longitud de onda del cambio de fuente de luz se puede especificar arbitrariamente dentro del rango comprendido entre 295 nm y 364 nm en incrementos de 0,1 nm. Para más información, consulte la Guía de operación, "14.1 Configuración de los parámetros del instrumento", [4. Light Source] (4. Fuente de luz).

\*2 El fabricante de la lámpara ha determinado su vida útil en base a la "vida media" de un grannúmero de lámparas. Tenga en cuenta que algunas lámparas pueden quemarse antes de alcanzar el final de su vida útil.

Tabla 1.1

Nombre	Nº de pieza	Tipo	Vida útil
1 Lámpara WI (lámpara halógena)	062-65005	NA55917	Aprox. 2000 horas
2 Lámpara D2 (lámpara de deuterio)	062-65055-05	L6380	Aprox. 2000 horas

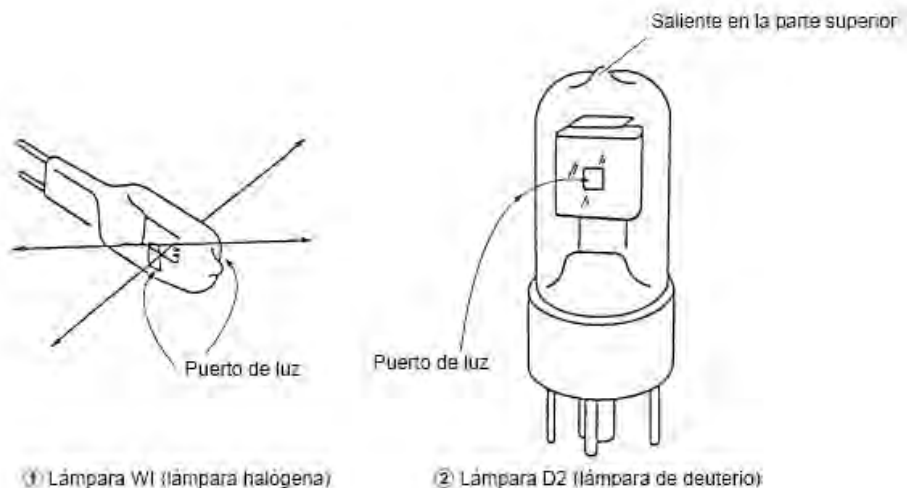



Fig. 1.8 Apariencias de la fuente de luz

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 7 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	--

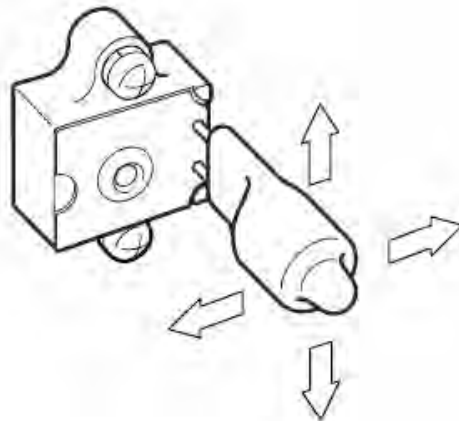
## 1.4.2 Procedimiento de cambio de la lámpara


### a) ADVERTENCIA :

- Antes de cambiar la lámpara, apague el interruptor de corriente del instrumento y retire el enchufe de la toma de corriente. En caso de no hacerlo, pueden producirse incendios, choques eléctricos o un funcionamiento incorrecto del instrumento. NO encienda el instrumento mientras el compartimento de la fuente de luz esté visualmente expuesto. Puede generarse luz ultravioleta, un grave peligro para la salud.
- Antes de cambiar la lámpara, apague el instrumento y déjela reposar hasta que se enfríe lo suficiente. Puede quemarse si toca la lámpara cuando aún esté caliente.

### b) PRECAUCIÓN :

- Al retirar e instalar la cubierta del compartimento de la fuente de luz, evite golpear el saliente de la parte superior de la lámpara D2 (lámpara de deuterio) (Fig. 1.8) con la parte posterior de la cubierta. Si lo hace, puede producirse una fuga en el vacío del tubo de la lámpara.
- Asegúrese de llevar guantes al manipular la fuente de luz para no dejar huellas en la parte de cristal. Una huella de un dedo dejará una marca en la bombilla cuando se caliente la fuente de luz y la transmisión de luz empeorará.
- Tenga cuidado de no romper la lámpara.
- Al cambiar la lámpara WI (lámpara halógena), las manos pueden entrar en contacto con la lámpara D2. Cubra la lámpara D2 con un papel o trapo limpio o retírela antes de comenzar las labores de cambio.
- Después de insertar la lámpara WI en el enchufe, NO la fuerce a moverse a izquierda o derecha, o hacia arriba o abajo. La parte de conexión entre la clavija y el cristal puede romperse, lo que impedirá que la lámpara se ilumine.



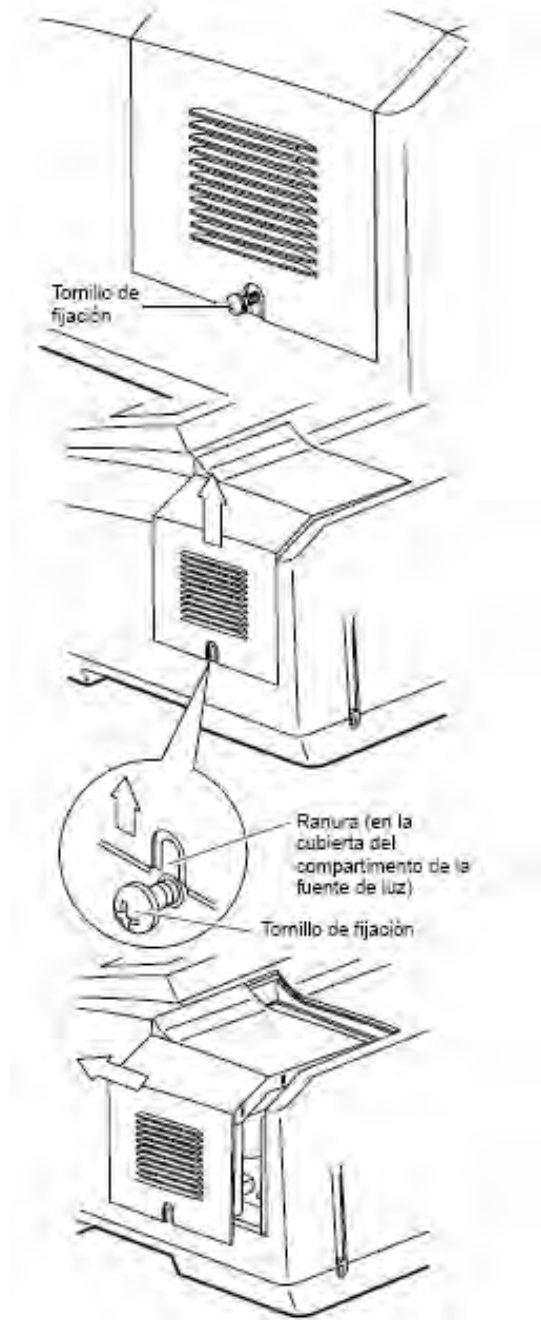
 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 8 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	--

## ■ Desmontaje de la cubierta del compartimento de la fuente de luz

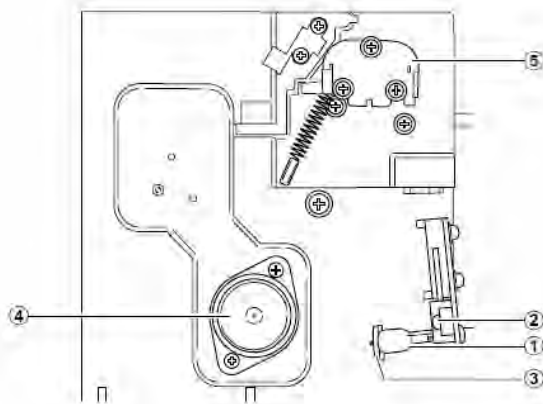
**1.** Con un destornillador Philips, afloje el tornillo de fijación situado en el lateral de la cubierta del compartimento de la fuente de luz.

**2.** Levante la pieza lateral de la cubierta para retirar el tornillo de fijación de la ranura.

**3.** Mientras desliza la cubierta del compartimento de la fuente de luz y la eleva hasta formar un ángulo (siguiendo la dirección de la flecha que se encuentra en Fig. 1.9), retírela del cuerpo principal.



**Fig. 1.9** Desmontaje de la cubierta de la fuente de luz



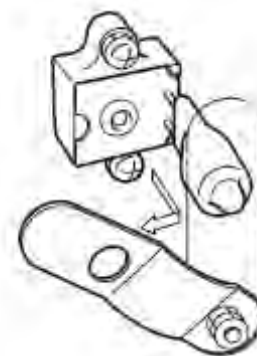
- ①. Lámpara WI
- ②. Enchufe de la lámpara WI
- ③. Muelle de sujeción de la lámpara WI
- ④. Lámpara D2
- ⑤. Mecanismo de cambio de la fuente de luz.

**Fig. 1.10 Interior del compartimento de una fuente de luz**

### ■ Cambio de la lámpara WI (lámpara halógena)

Al cambiar la lámpara WI (lámpara halógena), las manos pueden entrar en contacto con la lámpara D2. Cubra la lámpara D2 con un papel o trapo limpio o retírela antes de comenzar las labores de cambio. Para retirar la lámpara D2, consulte el apartado "■ Cambio de la lámpara D2" de esta sección.

1. Quite el muelle de sujeción de la lámpara WI desde la parte superior de la lámpara WI.



**Fig. 1.11**

2. Tire de la lámpara WI desde su enchufe.

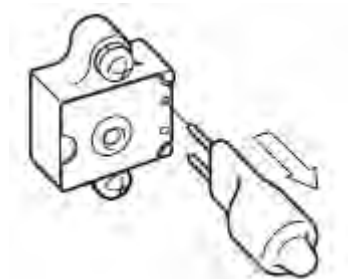


Fig. 1.12

3. Lleve guantes. Sujete la nueva lámpara WI por la parte superior e inferior para no contaminar su puerto de luz.

4. Introduzca la nueva lámpara WI en el enchufe. Empújela hasta que las dos clavijas de la lámpara WI entren en contacto con la parte posterior del enchufe y se detenga.

**NOTA**

Las dos clavijas de la lámpara WI no tienen polaridad. Ambas se pueden colocar en la parte superior.

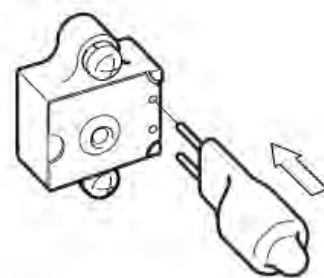


Fig. 1.13

5. Vuelva a colocar en su posición original el resorte de retención de la lámpara, retirado en el procedimiento 1.

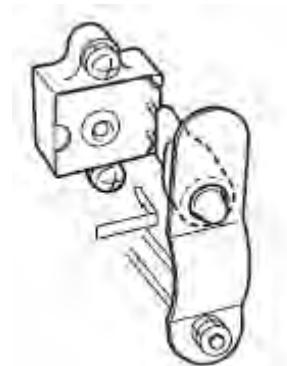



Fig. 1.14

6. Vuelva a instalar la lámpara D2 en su posición original. Asegúrese de que no deja el papel o trapo usado en estas tareas dentro del compartimento de la fuente de luz.



Fig. 1.15

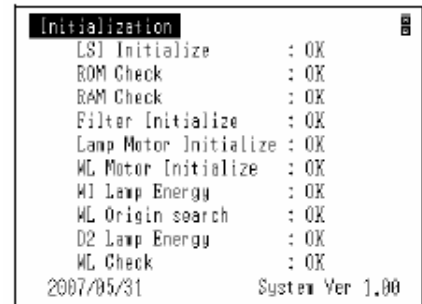


 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 11 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

**7.** Instale la cubierta del compartimento de la fuente de luz siguiendo el procedimiento inverso al descrito en el apartado "■ Desmontaje de la cubierta del compartimento de la fuente de luz" de esta sección.

**8.** Introduzca el enchufe eléctrico en la toma de corriente y encienda el UV-1800. (Pulse la figura "I" del interruptor.)

**9.** Comenzará el proceso de inicialización. Verifique que la inicialización de todos los elementos se completa correctamente. (P. ej., "OK" aparece junto a todos los elementos.)



**10.** Al aparecer la pantalla del [Mode menu] (Menúmodo), siga el procedimiento de la sección "1.3.2 Procedimiento de restablecimiento" para restablecer el tiempo de uso de la lámpara W1.

**Fig. 1.16**

## ■ Cambio de la lámpara D2

1. Lleve guantes. Sujete la pieza de resina de la lámpara D2 y tire de ella hacia arriba lentamente.
2. Extraiga lentamente la lámpara D2 hacia arriba para retirarla del enchufe.

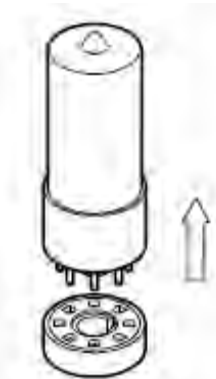


Fig. 1.17

3. Introduzca la nueva lámpara D2 en el enchufe. Encaje el tetón de posicionamiento situado en la parte inferior de la lámpara D2 en la ranura del enchufe. Asegúrese de que la lámpara está totalmente introducida.
4. Instale la cubierta del compartimento de la fuente de luz siguiendo el procedimiento inverso al descrito en el apartado "■ Desmontaje de la cubierta del compartimento de la fuente de luz" de esta sección.

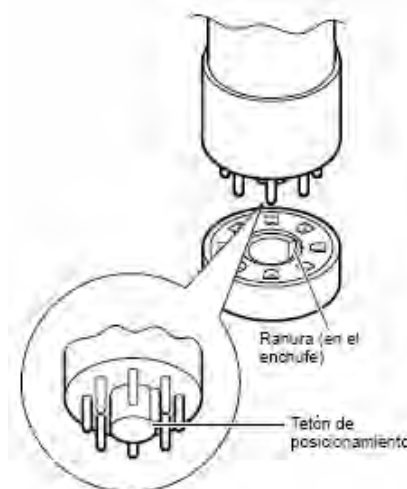


Fig. 1.18

5. Introduzca el enchufe eléctrico en la toma de corriente y encienda el UV-1800. (Pulse la figura "I" del interruptor.)

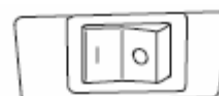



Fig. 3.19


 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 13 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

**6.** Comenzará el proceso de inicialización. Verifique que la inicialización de todos los elementos se completa correctamente. (P. ej., "OK" aparece junto a todos los elementos.)

**7.** Al aparecer la pantalla del [Mode menu] (Menú modo), siga el procedimiento de la sección "1.3.2 Procedimiento de restablecimiento" para restablecer el tiempo de uso de la lámpara D2.



**Fig. 1.20**

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 30/01/2012 <b>Página</b> : 14 de 22 <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---


## 1.5 Limpieza del exterior

Cuando se ensucien o manchen la caja del instrumento, la cubierta del compartimento de muestras o el teclado, límpielos con un trapo suave y seco o con un pañuelo de papel. Limpie las manchas más resistentes mediante el siguiente procedimiento:

1. Introduzca un trapo en detergente suave diluido y escúrralo bien. Limpie el instrumento con él.
2. Introduzca un trapo en agua y escúrralo bien. Elimine completamente cualquier residuo de detergente del instrumento. Elimine la humedad con un trapo seco.

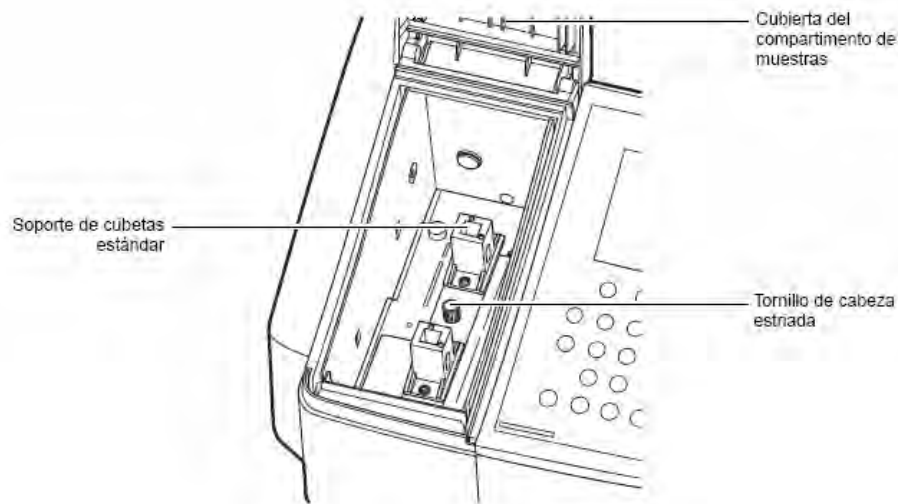
**NOTA**

NO deje restos de agua en el UV-1800. NO utilice alcohol ni disolventes para limpiar el instrumento. De hacerlo, la superficie del instrumento se

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 15 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

## 2.1 Desmontaje/instalación del soporte de cubetas

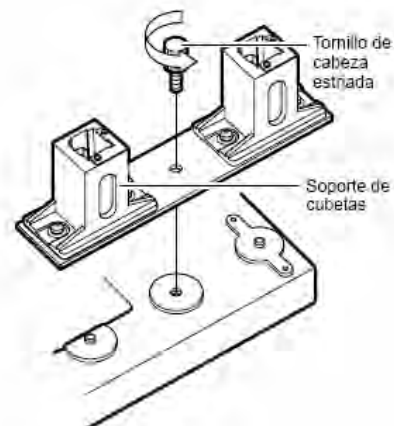
Para instalar algunos accesorios especiales, como el soporte de ultra-microcubetas (N/P 206-14334), es necesario cambiar el soporte de cubetas estándar del compartimento de muestras. En tal caso, desmonte/instale el soporte de cubetas siguiendo el procedimiento que se expone a continuación:




**Fig.2.1**

### 2.1.1 Desmontaje del soporte de cubetas

1. Abra la cubierta del compartimento de muestras.
2. Afloje el tornillo de cabeza estriada que fija el soporte de cubetas. Retire el soporte de cubetas.



**Fig.2.2**

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 16 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

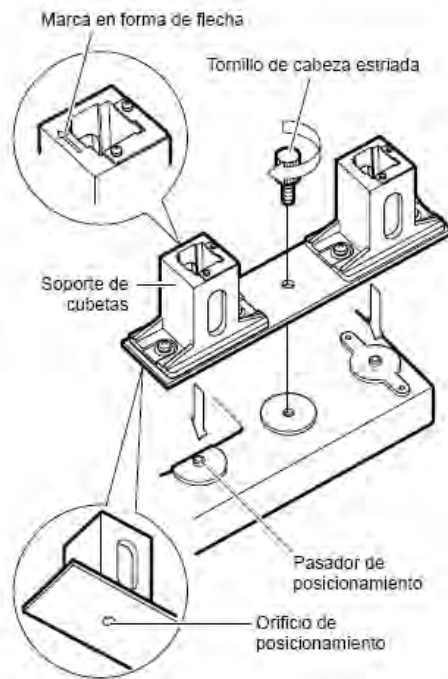
## 2.1.2 Instalación del soporte de cubetas

1. Tras alinear el orificio de posicionamiento del soporte de cubetas con el pasador de posicionamiento de la unidad de compartimento de muestras, coloque el soporte de cubetas en dicha unidad.

**NOTA**

Instale el soporte de cubetas de modo que el haz lo atraviese en la misma dirección que la marca en forma de flecha.

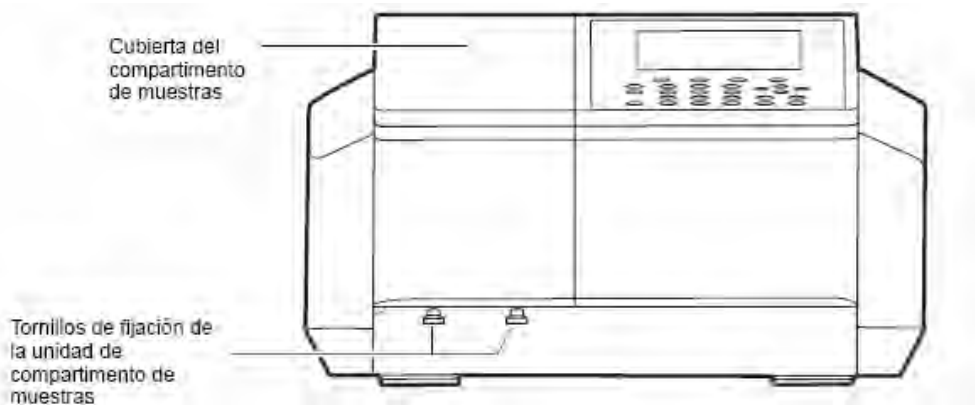
2. Fije el soporte de cubetas con el tornillo de cabeza estriada.



**Fig.2.3**

## 2.2 Desmontaje/instalación de la unidad de compartimento de muestras (estándar)

Para instalar algunos accesorios especiales, como la serie de succionadores 160 (N/P 206-23790-91, etc.), es necesario cambiar la unidad de compartimento de muestras estándar del compartimento de muestras. En tal caso, desmonte/instale la unidad de compartimento de muestras estándar siguiendo el procedimiento descrito a continuación. Para instalar/desmontar estos accesorios especiales, consulte el manual de instrucciones de cada accesorio especial.



### 2.3.1 Desmontaje de la unidad de compartimento de muestras

1. Afloje los dos tornillos de fijación de la unidad de compartimento de muestras situados en la parte inferior del compartimento de muestras.

2. Abra la cubierta del compartimento de muestras para retirar la unidad de compartimento de muestras.

1) Tire del compartimento de muestras en la dirección adecuada para sacar el pasador de fijación de la ranura.

**NOTA**

NO afloje el pasador de fijación. Puede sacarlo de la ranura sin aflojarlo.

2) Después de elevar ligeramente la unidad de compartimento de muestras, saque la unidad del pasador de fijación tirando de ella en ángulo.

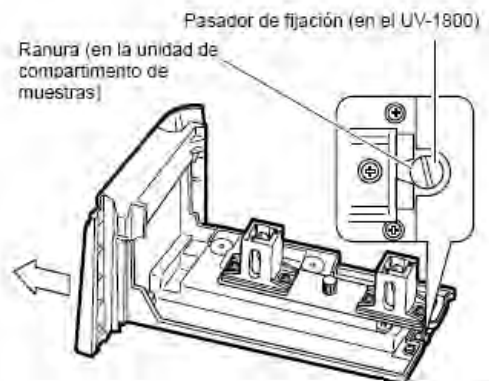


Fig 2. 5

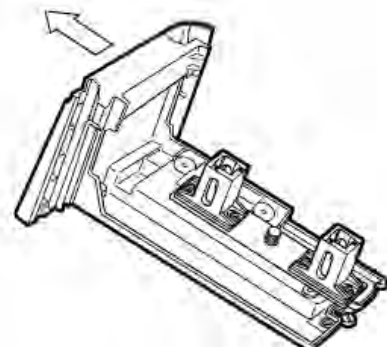



Fig 2. 6

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 18 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

## 2.3.2 Instalación de la unidad de compartimento de muestras

**a) PRECAUCIÓN** : Fije la unidad de compartimento de muestras de forma segura al cuerpo principal del instrumento usando los tornillos de fijación (tornillos de cabeza estriada). Si la unidad de compartimento de muestras no se coloca correctamente, la luz exterior del hueco resultante hace imposible la obtención de datos de medición precisos.

**1** . Abra la cubierta del compartimento de muestras e instale la unidad de compartimento de muestras.

**1)** En ángulo desde arriba, inserte la ranura de la unidad de compartimento de muestras en el pasador de posicionamiento situado en el extremo del compartimento de muestras.

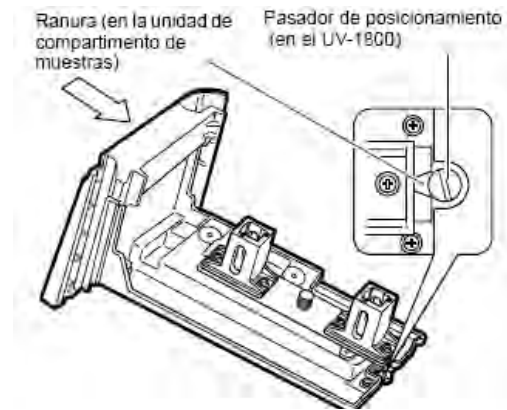


Fig.2.7

**2)** Empuje hacia delante la unidad de compartimento de muestras para que la ranura se encaje en el pasador de posicionamiento.

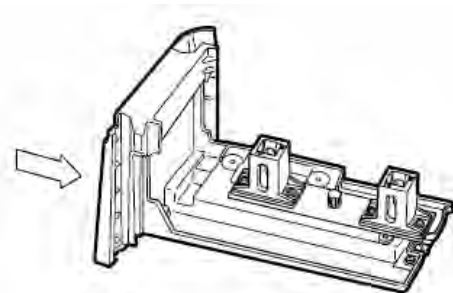


Fig.2.8



- 3) Asegúrese de que la cubierta frontal de la unidad de compartimento de muestras y el cuerpo principal del UV-1800 encajan perfectamente. Si no lo hacen, presione la unidad de compartimento de muestras hacia la parte inferior del compartimento de muestras.

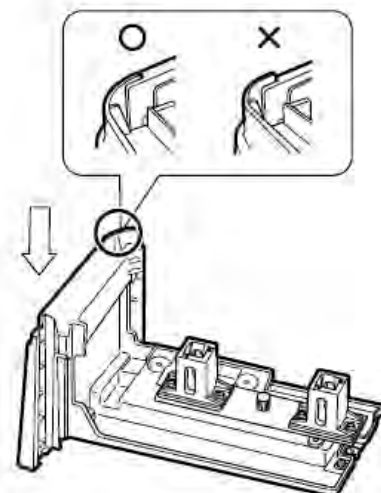


Fig.2.9

2. Apriete los dos tornillos de fijación del compartimento de muestras (Fig. 2.4) para fijar la unidad de compartimento de muestras.

**NOTA**

Alinee los orificios roscados de la unidad de compartimento de muestras con los tornillos de cabeza estriada moviendo la unidad de delante a atrás.

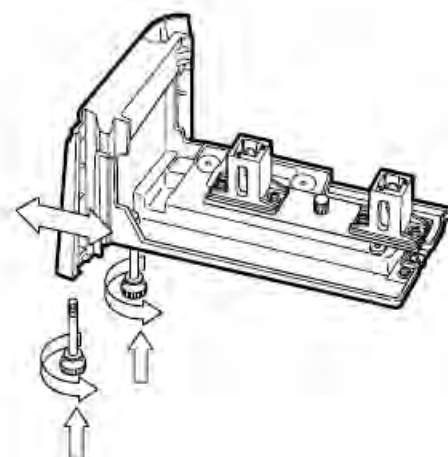



Fig.2.10

3. Cierre la cubierta del compartimento de muestras (Fig. 2.4).

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 20 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

## 2.3 Desmontaje/instalación de la cubierta frontal del compartimento de muestras

Para instalar algunos accesorios especiales, como el succionador con jeringa (N/P 206-23890-91), es necesario instalar la placa frontal designada en el compartimento de muestras. En tal caso, desmonte/instale la cubierta frontal del compartimento de muestras siguiendo el procedimiento descrito a continuación. Para instalar/desmontar estos accesorios especiales, consulte el manual de instrucciones de cada accesorio especial.



Fig. 2.11 Placa frontal para succionador con jeringa (unidad de cambio)

### 2.3.1 Desmontaje de la cubierta frontal del compartimento de muestras e instalación de la placa frontal

1. Retire la unidad de compartimento de muestras del UV-1800 siguiendo el procedimiento descrito en la sección "2.2.1 Desmontaje de la unidad de compartimento de muestras".
2. Dé la vuelta a la unidad de compartimento de muestras. Pulse las 2 pestañas de la cubierta en la dirección de la flecha como se muestra en Fig. 2.12 para desprenderlas de la unidad. (Fig. 2.13)

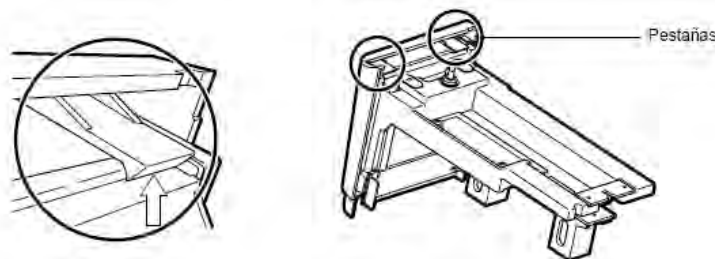


Fig. 2.12 Pestañas de la cubierta frontal del compartimento de muestras

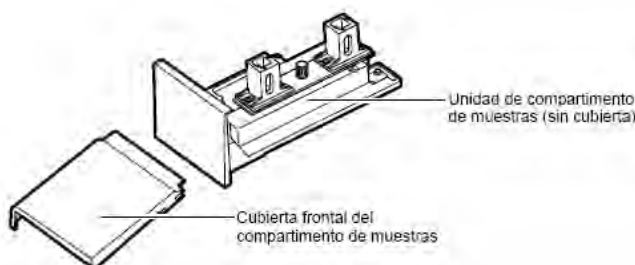

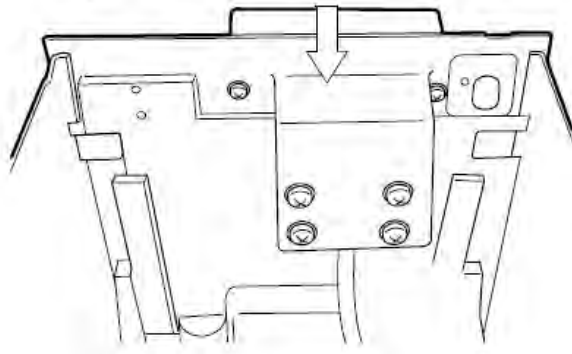


Fig. 2.13 Compartimento de muestras

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 21 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

3. Instale la unidad de compartimento de muestras (sin cubierta) en el cuerpo principal del UV-1800 según el procedimiento descrito en la sección "2.2.2 Instalación de la unidad de compartimento de muestras".
4. Instale la placa frontal designada (accesorio especial) en la unidad de compartimento de muestras.



**Fig.2 14 Instalación de la placa frontal**


5. Cierre la cubierta del compartimento de muestras (Fig. 2.4).

### 2.3.2 Instalación de la cubierta frontal del compartimento de muestras

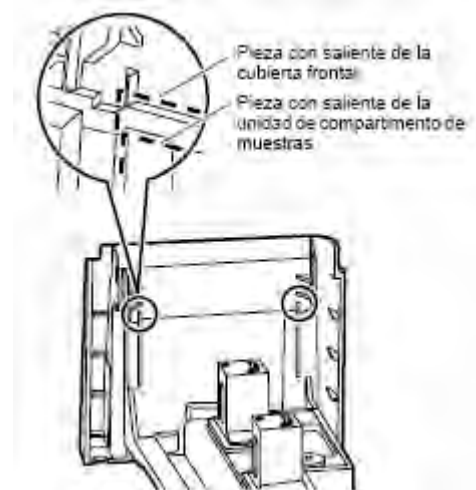
1. Abra la cubierta del compartimento de muestras y retire la placa frontal designada (accesorio especial).
2. Retire la unidad de compartimento de muestras del cuerpo principal del UV-1800 siguiendo el procedimiento descrito en la sección "2.2.1 Desmontaje de la unidad de compartimento de muestra"



**Fig. 2.15 Placa frontal del compartimento de muestras**

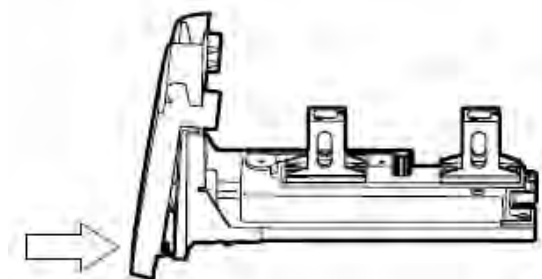
 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 22 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

- 3.** Fije las 2 piezas con salientes de la unidad de compartimento de muestras a las piezas con salientes de la cubierta frontal.



**Fig. 2.16** Fijación de la cubierta frontal del compartimento de muestras

- 4.** Encaje la cubierta frontal del compartimento de muestras en la unidad de compartimento de muestras. Empuje la cubierta en la dirección de la flecha que aparece en Fig. 2.17 hasta que encaje.



**Fig. 2.17** Encajado de la cubierta frontal del compartimento de muestras

- 5.** Instale la unidad de compartimento de muestras en el cuerpo principal del UV-1800 siguiendo el procedimiento descrito en la sección "2.2.2 Instalación de la unidad de compartimento de muestras".

- 6.** Cierre la cubierta del compartimento de muestras (Fig. 2.4).



Laboratorio de Calidad Ambiental

## ESPECTROMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON VAPOR-FRÍO

RA-915+ y RP-91

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 30/01/2012  
Página : 1 de 4  
Aprobado : OP

### 1.1 Mantenimiento (RA-915+)

El mantenimiento del analizador incluye:

- Inspección visual diaria.
- Carga de la batería.
- Cambio de los filtros de polvo (puerto de entrada, pre-filtro).
- Cambiar el filtro de cero absorción de mercurio.
- Mantenimiento preventivo.
- Mantenimiento de tubería de aire

### 1.1 Sobre mantenimiento de RP-91

- Verificación de tubo de aire para hermeticidad.
- Verificación de condición del cable eléctrico.
- Desconecta y limpia celda ruta individual parte de cuarzo:
  - a) Desconecta celda ruta única desde compartimiento auxiliar de RA-915+.
  - b) Desconecta tubo de silicio desde celda.
  - c) Destornillar ventana de celda.

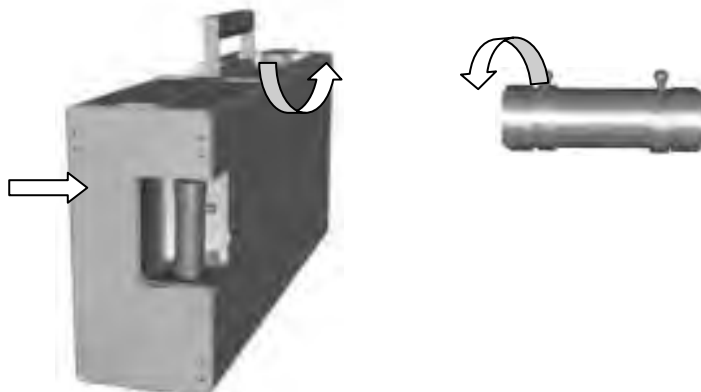


Figura 1.1 Apariencia del equipo

- d) Limpiar ventanas de cuarzo con un hisopo de algodón mojado con un disolvente.
- e) Limpiar la celda con un hisopo de algodón mojado con un disolvente.



Laboratorio de Calidad  
Ambiental

## ESPECTROMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON VAPOR-FRÍO RA-915+ y RP-91

**Código** : P-xxx  
**Revisión** : 2  
**Vigencia** : 30/01/2012  
**Página** : 2 de 4  
**Aprobado** : OP

f) El ensamblaje de la celda de ruta única se da en el orden inverso

### 1.2 Carga de la batería

La batería se carga cuando el analizador está conectado con el transformador. Recomendamos no cambiar el botón de encendido del analizador si sólo es necesario cargar la batería sin hacer mediciones. Tarda 5 horas cargar una batería muerta. Un mayor tiempo de carga no causa daños a la batería. Una batería cargada completamente proporciona un funcionamiento continuo del analizador durante aproximadamente 3,5 horas.


### 1.3 Cambio del filtro de polvo

Cambie los filtros de polvo y de absorción de forma regular, especialmente cuando se opere bajo condiciones de mucho polvo.

Al cambiar el filtro de polvo, el dispositivo debe estar apagado. El polvo del filtro se encuentra en la entrada 1 en el panel frontal del analizador. Para quitar el filtro del analizador, agarre el filtro con pinzas y tire de él. Inserte un nuevo filtro en la entrada 1, practicar con cuidado de no empujar a través de la pantalla en la válvula.



Figura 1.2 Cambio de filtro

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>ESPECTROMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON VAPOR-FRÍO</b> <b>RA-915+ y RP-91</b></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 30/01/2012 <b>Página</b> : 3 de 4 <b>Aprobado</b> : OP</p>
--	---	---

#### 1.4 Cambio del filtro de absorción

El filtro de absorción se encuentra en la entrada 2 en el panel frontal del analizador. Para quitar el filtro del analizador, tire de él. Inserte un nuevo filtro en la entrada 2 y emparéjelo a la altura del panel frontal.



Figura 1.3 Cambio de filtro

#### 1.5 Mantenimiento Preventivo

Durante el mantenimiento preventivo, revise los cobertores del analizador; si es necesario, cambie los filtros de polvo y absorción.

Manejar la celda de ruta múltiple con cuidado. Evitar la entrada de sustancias extrañas en la celda, el mercurio metálico, en particular. Evitar el funcionamiento prolongado con la celda de ruta múltiple en habitaciones con una alta concentración de vapor de mercurio (superior a 10 000 ng/m<sup>3</sup>). En este caso, es preferible utilizar el modo de medición de ALTAS CONCENTRACIONES. Si la celda de ruta múltiple ha sido contaminada, haga lo siguiente:

- Quite el filtro de polvo con unas pinzas.



Laboratorio de Calidad  
Ambiental

## ESPECTROMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON VAPOR-FRÍO RA-915+ y RP-91

**Código** : P-xxx  
**Revisión** : 2  
**Vigencia** : 30/01/2012  
**Página** : 4 de 4  
**Aprobado** : OP

- Sople aire caliente a través de la celda durante varias horas, utilizando, por ejemplo, un secador de pelo.
- Instale el nuevo filtro de polvo.

Para el analizador en el centro de servicio regional es recomendable llevar a cabo un mantenimiento de pre-verificación anual de índole preventivo, seguido de una calibración del dispositivo.

Al finalizar las operaciones con el analizador guárdelo dentro de una temperatura ambiente de 5 a 40 °C y una humedad relativa no mayor de 98% a 30 °C. El ambiente donde se guarde no debe contener impurezas corrosivas. Si el analizador no va a ser utilizado durante mucho tiempo, guárdelo de la siguiente manera:


- Cargue la batería por completo.
- Ponga el analizador RA-915+ en una cubierta de polietileno con 0,8 kg de secador de gel de sílice y selle herméticamente el estuche. Guarde el analizador a una temperatura ambiente de - 50 °C + 50 °C y con una humedad relativa inferior al 98% a 35 °C.

### 1.6 Tubería de aire

Verifique que la tubería de aire está bien apretada (o sea que no tenga fuga de aire).



## **Capítulo 3      Método Analítico**

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Sólidos totales</h3>	<p><b>Código</b> : P-032  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 1 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

### 1. Alcance y aplicaciones.

Este método es apropiado para determinar sólidos en aguas superficiales, marinas y residuales en el rango de 0 a 20 000 mg/L.

La muestra se evapora en un recipiente previamente pesado en un horno a 103-105 °C. El incremento de peso en el recipiente vacío representa los sólidos totales.

La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 2540 B.

### 2. Materiales y equipo

2.1. Cápsulas de evaporación, capacidad de 100 mL de alguno de los siguientes materiales:

- Porcelana, diámetro de 90 mm
- Platino
- Vidrio de sílice

2.2. Desecador, con material desecante con indicador de color de la humedad o un instrumento para medir humedad.

2.3. Horno para secado, a 103-105 °C.

2.4. Balanza analítica, con precisión de 0,1 mg.

2.5. Pipetas de punta ancha

2.6. Probetas

2.7. Vasos químicos


2.8. Agitador magnético

### 3. Reactivos

Patrón de control de cloruro de sodio, 200 ppm. Disuelva 400 mg de cloruro de sodio, grado reactivo o estándar primario en agua destilada y afore a 2 L.

### 4. Toma y preservación de muestras

Para determinación de sólidos se colectan muestras simples en envases de plástico o vidrio de 1 L. Una vez colectada la muestra, analizar lo más pronto posible o refrigerar por un tiempo máximo de 7 días. Para las muestras de fiscalización y denuncia, el tiempo máximo de almacenamiento es de 24 horas.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Sólidos totales</h3>	<p><b>Código</b> : P-032  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 2 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

## 5. Procedimiento

5.1. Preparación de la cápsula de evaporación. Para sólidos totales (excluye sólidos volátiles) caliente las cápsulas a 103-105 °C por 1 hora. Guarde y deje enfriar en el desecador hasta que se vaya a usar. Pese la cápsula al momento en que se vaya a usar.

5.2. Análisis de la muestra.

- a) Estime el volumen de muestra que dará aproximadamente un residuo entre 2,5 y 200 mg. Mida con una pipeta el volumen de la muestra bien mezclada, y vierta en una cápsula previamente pesada. Para las muestras homogéneas, inserte la pipeta aproximadamente en el medio del recipiente, entre la pared del recipiente y el vórtice. Excluya partículas flotantes o aglomerados sumergidos en muestras no homogéneas. Licue las muestras con aceite y grasas visibles para dispersarla antes de tomar la porción para análisis. En estos casos, limite la cantidad de muestra para que dé un residuo máximo de 200 mg.
- b) Seque a 103-105 °C y deje que la muestra se evapore hasta quedar completamente seca. Si es necesario, añada porciones adicionales de muestra a la misma cápsula.
- c) Seque el residuo por lo menos por 1 hora a 103-105 °C, enfríe en el desecador y pese.
- d) Repita el ciclo de secado, enfriamiento, desecado y pesado hasta que se obtenga una peso constante, menos del 4% del peso anterior ó 0,5 mg, el que sea menor.
- e) Agua altamente mineralizada con concentraciones significativas de calcio, magnesio, cloruros y/o sulfatos podrían ser higroscópicas y requerir secado más prolongado y pesaje rápido

## 6. Controles

6.1. Duplicados. Analice por lo menos 10% de las muestras en duplicado ó 1 de cada 10 muestras. De haber menos de 10 muestras, incluya un duplicado por cada grupo. Los duplicados deben estar dentro del 5% del peso promedio. Para las muestras de fiscalización y denuncia, todas las muestras se harán en duplicado.

6.2. Patrón de control. Incluya dos cápsulas con patrón de control por cada grupo de muestras. Vierta 100 mL del patrón de 200 ppm de NaCl, bien mezclado. Los duplicados de los controles deben estar dentro del rango de  $20 \pm 1$  mg.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Sólidos totales</p>	<p><b>Código</b> : P-032  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 3 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

## 7. Cálculos

$$\text{mg sólidos totales/L} = \frac{(\text{Pr} - \text{Pc}) \times 1000}{\text{mL muestra}}$$

donde,

Pr = Peso del residuo seco + cápsula en mg

Pc = Peso de la cápsula en mg.

## 8. Registros

Formulario ANAM-FLCAQ-001, Sólidos totales en suspensión, secados a 103-105 °C

## 9. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE SÓLIDO DISUELTO TOTALES

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 20/01/2012  
Página : 1 de 2  
Aprobado : LB

### 1. Discusión General

*a. Principio:* Una muestra bien mezclada se filtra a través de un filtro de fibra de vidrio estándar, y el filtrado se evapora a sequedad en un plato pesado y secado a un peso constante a  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . El aumento en el peso del plato representa el total de sólidos disueltos.

Es posible que los resultados no coincidan con el valor teórico para sólidos calculado a partir del análisis químico de la muestra (véase método 2540 B, *b) Análisis de la muestra*). Existen métodos aproximados para correlacionar análisis químicos con sólidos disueltos. Para determinar los sólidos totales disueltos, puede utilizarse el filtrado a partir de la determinación de sólidos totales suspendidos (Sección 2540D).

*b. Interferencias:* Ver. SM 2540A.2 y 2540B.1. Aguas altamente mineralizadas con un contenido considerable de calcio, magnesio, cloro y/o sulfato pueden ser higroscópicas y requieren un secado prolongado, desecación apropiada y un pesaje rápido. Muestras ricas en bicarbonato requieren un secado cuidadoso y prolongado a  $180^{\circ}\text{C}$  de manera que se asegure una conversión completa de bicarbonato a carbonato. Debido a que el exceso de residuos en el plato lleve a la formación de una costra causando absorción de agua, limitar la muestra a un residuo no mayor de 200 mg.

### 2. Aparato

Se requiere equipo señalado en el SM 2540B.2a-h, y además:

- a. Discos de filtro de fibra de vidrio\** sin la materia orgánica adherente.
- b. Equipo de Filtración:* Uno de los siguientes, apto para el disco de filtro seleccionado:
  - 1) *Embudo de filtro de la membrana.*
  - 2) *Crisol Gooch*, con capacidad de 25-mL a 40-mL, con adaptador *crisol Gooch*.
  - 3) *Aparato de filtración* con recipiente y disco fritado grueso (40- a 60-m m) como soporte del filtro.†
- c. frasco de filtración*, con tamaño suficiente para la cantidad de la muestra seleccionada.
- d. Horno de Secado*, para que funcione a  $180 \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

### 3. Procedimiento

*a. Preparación del disco de filtro de fibra de vidrio:* si se utilizan discos de filtro de fibra de vidrio previamente preparadas, eliminar este paso. Inserte el disco con el lado arrugado hacia arriba dentro del equipo de filtración. Aplique vacío y lave el plato tres veces sucesivas con un volumen de 20 mL de agua de grado reactivo. Continúe la succión hasta remover todos los trazos de agua. Descarte el líquido del lavado.

*b. Preparación del plato de evaporación:* Si se van a medir sólidos volátiles, caliente el plato de evaporación previamente limpio a  $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$  por 1 h en el horno de mufla. Si únicamente sólidos disueltos van a ser medidos, caliente el plato limpio a  $180 \pm 2^{\circ}\text{C}$  por 1 h en un horno. Almacene en el desecador hasta que las necesite. Pese inmediatamente antes de su utilización.

*c. Selección de los filtros y tamaños de la muestra:* Elegir el volumen de la muestra para que rinda entre 2.5 y 200 mg de residuo de secado. Si se requieren más de 10 min para completar la filtración, aumente el tamaño de la muestra o disminuya el volumen de la muestra. Pero en cualquier caso no se debe producir menos de 2.5 mg de residuo.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE SÓLIDO DISUELTO TOTALES

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 20/01/2012  
Página : 2 de 2  
Aprobado : LB

*d. Análisis de la muestra:* Mezcle la muestra con un revolovedor magnético y pipetee un volumen medido al filtro de fibra de vidrio con vacío aplicado. Lave tres veces sucesivas con un volumen de 10-mL con agua de grado reactivo, permitiendo un drenaje completo entre lavados, y continúe la succión por aproximadamente 3 min después de completado el proceso de filtración. Transfiera el filtrado total (con el liquido de lavado) a un plato de evaporación con un peso definido y evapore a sequedad en un baño de vapor o en un horno de secado. De ser necesario, agregue porciones sucesivas al mismo plato después del proceso de evaporación. Seque la muestra evaporada por lo menos 1 h en un horno a  $180\pm 2^{\circ}\text{C}$ , enfriar en un desecador para equilibrar la temperatura y pese. Repita el ciclo de secado, de secar, refrigerar, desecar, y pesar hasta obtener un peso constante o hasta que el cambio en el peso sea menor del 4% del peso anterior o 0.5 mg, cual sea el menor. Analice por lo menos 10% de todas las muestras en duplicado. Determinaciones duplicadas deben coincidir dentro de un 5% con el peso promedio. Si sólidos volátiles han de ser determinados, siga el procedimiento en 2540E.

### 4. Cálculos

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

donde:

A = peso del residuo de secado + plato, mg,      y

B = peso del plato, mg.

### 5. Precision

Análisis de 77 muestras en laboratorios individuales con un valor conocido de 293 mg/L fueron realizadas con una desviación estándar que presentaba diferencias de 21.20 mg/L.


### 6. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.

Formulario

### 7. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de sólidos suspendidos totales</p>	<p><b>Código</b> : P-028  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 1 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

## 1. Alcance y aplicaciones.

Este método es apropiado para determinar sólidos en aguas superficiales, marinas y residuales en el rango de 0 a 200 mg/L.

La muestra se filtra a través de un filtro de fibra de vidrio previamente pesado y el residuo retenido en el filtro es secado en un horno a 103-105 °C hasta obtener peso constante. El incremento de peso del filtro representa los sólidos suspendidos totales.


Este método corresponde a: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 2540 D.

## 2. Materiales y equipo

- 2.1. Platos de pesar de aluminio
- 2.2. Desecador, con material desecante con indicador de color de la humedad o un instrumento para medir humedad.
- 2.3. Horno para secado, a 103-105 °C.
- 2.4. Balanza analítica, con precisión de 0.1 mg.
- 2.5. Pipetas de punta ancha
- 2.6. Probetas
- 2.7. Vasos químicos
- 2.8. Filtros de fibra de vidrio de 1.5-2.0  $\mu\text{m}$  de porosidad. Si se usan los filtros pre pesados disponibles comercialmente, elimine el numeral 5.1 de este procedimiento.
- 2.9. Aparato de filtración: embudo de filtro de membrana, matraz de succión del volumen apropiado para la cantidad de muestra filtrada.
- 2.10. Agitador magnético

## 3. Reactivos

- 3.1. Suspensión patrón de celulosa microcristalina, 500 ppm. Disuelva 500 mg de celulosa microcristalina previamente secada en el horno, en agua destilada y afore a 1 L o use una suspensión de referencia disponible comercialmente.
- 3.2. Suspensión patrón de control de celulosa de 50 ppm. Agite la suspensión de referencia hasta que sea homogénea y tome inmediatamente 100 ml y diluya a 1 L. La solución debe prepararse diariamente.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de sólidos suspendidos totales</p>	<p><b>Código</b> : P-028  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 2 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---


#### 4. Toma y preservación de muestras

Para determinación de sólidos se colectan muestras simples en envases de plástico o vidrio de 1 L. Una vez colectada la muestra, analizar lo más pronto posible o refrigerar por un tiempo máximo de 7 días. Para las muestras de fiscalización y denuncia, el tiempo máximo de almacenamiento es de 24 horas.

#### 5. Procedimiento

- 5.1. Preparación de los filtros. Coloque el filtro con el lado rugoso hacia arriba en el aparato de filtración. Aplique el vacío y lave el filtro con tres porciones sucesivas de 20 mL de agua desionizada o destilada. Succione hasta que quede seco el filtro. Coloque el filtro en un plato de pesar de aluminio y seque a 103-105 °C por 1 hora. Deje enfriar en el desecador y pese. Repita el ciclo de secado, enfriamiento, desecado y pesado hasta que se obtenga un peso constante, menos del 4% del peso anterior ó 0.5 mg, el que sea menor. Guarde en el desecador hasta que se vaya a usar.
- 5.2. Volumen de la muestra. Estime el volumen de muestra que dará aproximadamente un residuo entre 2.5 y 200 mg. Si con el volumen filtrado no se obtiene el residuo mínimo, aumente el volumen de muestra hasta un máximo de 1 L. Si la filtración toma más de 10 minutos, disminuya el volumen de muestra.
- 5.3. Análisis de la muestra.
  - a) Coloque el filtro en el aparato de filtración. Aplique el vacío y fije el filtro humedeciendo con un poco de agua desionizada o destilada.
  - b) Agite la muestra con un agitador magnético para tratar de obtener un tamaño de partícula más uniforme, preferiblemente homogénea. Durante la agitación, use una pipeta para transferir el volumen deseado al filtro. Para muestras homogéneas, tome la muestra aproximadamente en el medio del recipiente entre la pared y el vórtice. Excluya partículas flotantes o aglomerados sumergidos en muestras no homogéneas. Licue las muestras con aceite y grasas visibles para dispersarla antes de tomar la porción para análisis.
  - c) Debido a que un residuo excesivo en el filtro puede formar una costra que impide el paso del agua, limite el tamaño de muestra de tal manera que se obtengan como máximo 200 mg de residuo. El taponamiento del filtro prolonga la filtración y puede producir resultados altos debido a la excesiva retención de sólidos coloidales.
  - d) Lave el filtro con tres porciones sucesivas de 10 mL de agua desionizada o destilada, permitiendo que se drene toda el agua entre cada porción y continúe la



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de sólidos suspendidos totales</p>	<p><b>Código</b> : P-028  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 3 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

succión por 3 minutos después de terminada la filtración. Para muestras con elevado contenido de sólidos disueltos, enjuagar muy bien el filtro para asegurar la remoción del material disuelto.

- e) Coloque el filtro en un plato de pesar de aluminio y seque a 103-105 °C por un mínimo de 1 hora. Enfríe en el desecador y pese.
- f) Repita el ciclo de secado, enfriamiento, desecado y pesado hasta que se obtenga una peso constante, menos del 4% del peso anterior ó 0.5 mg, el que sea menor.

## 6. Controles

- 6.1. Duplicados. Analice por lo menos 10% de las muestras en duplicado ó 1 de cada 10 muestras. De haber menos de 10 muestras, incluya un duplicado por cada grupo. Los duplicados deben estar dentro del 5% del peso promedio. Para las muestras de fiscalización y denuncia, todas las muestras se harán en duplicado.
- 6.2. Patrón de control. Filtre 100 mL del patrón de control de 500 ppm, previamente agitado y homogenizado. Hacer el patrón de control en duplicado, donde los duplicados deben estar dentro del rango de  $50 \pm 2.5$  mg.

## 7. Cálculos

$$\text{mg sólidos suspendidos totales/L} = \frac{(\text{Pr} - \text{Pf}) \times 1000}{\text{mL muestra}}$$

donde,

Pr = Peso del filtro + residuo seco en mg


Pc = Peso del filtro en mg.

## 8. Registros asociados

Formulario ANAM-FLCAQ-002, Sólidos totales secados a 103-105 °C

## 9. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda química de oxígeno – Reflujo cerrado – Método colorimétrico</p>	<p><b>Código</b> : P-027  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 1 de 4  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

## 1. Alcance y aplicaciones.

La demanda química de oxígeno (DQO) determina la cantidad de oxígeno requerido para oxidar la materia orgánica en una muestra de aguas residuales o aguas naturales, bajo condiciones específicas de agente oxidante, temperatura y tiempo.

Las sustancias orgánicas e inorgánicas oxidables presentes en la muestra, se oxidan mediante reflujo en solución fuertemente ácida ( $H_2SO_4$ ) con un exceso conocido de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) en presencia de sulfato de plata ( $AgSO_4$ ) que actúa como agente catalizador, y de sulfato mercuríco ( $HgSO_4$ ) para remover la interferencia de los cloruros. Después de la digestión, el cromo pasa del estado hexavalente al trivalente. Ambas especies presentan color y absorben fuertemente en la región visible del espectro.

Para muestras de un origen específico, la DQO se puede relacionar empíricamente con la DBO, el carbono orgánico o la materia orgánica; la prueba se usa para controlar y monitorear después que se ha establecido la correlación.

El método es aplicable a muestras de aguas residuales domésticas e industriales que tengan DBO superiores a 50 mg  $O_2/L$ . Para concentraciones más bajas, tales como muestras de aguas superficiales, se puede usar el método modificado para bajo nivel en un intervalo entre 5 y 50 mg  $O_2/L$ .

La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 5220 D.

## 2. Materiales y equipo

### 2.1. Tubos de digestión

Preferiblemente usar tubos de cultivo de borosilicato de 16x100 mm, 20x150 mm ó 25x150 mm con tapas de rosca forrados con TFE. Como alternativa se pueden usar ampollas de borosilicato de 10 mL con diámetros de 19 a 20 mm.


Los tubos de digestión con reactivos premezclados disponibles comercialmente son aceptables.

### 2.2. Horno o calentador de bloque

Debe calentar a  $150 \pm 2^\circ C$ , con hoyos para acomodar los tubos de digestión. Los tubos de cultivo requirieren que los tapones queden fuera del calentador u horno para proteger los tapones (Esto podría causar fugas generando un ambiente corrosivo y posiblemente explosivo. Además, los tapones no podrían soportar la temperatura en un horno).

### 2.3. Sellador de ampollas

Si se usan ampollas de borosilicato, usar un sellador mecánico para lograr un sello fuerte y consistente.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda química de oxígeno – Reflujo cerrado – Método colorimétrico</p>	<p><b>Código</b> : P-027  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 2 de 4  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

2.4. Espectrofotómetro.

Para uso en el rango de 600 a 420 nm.

### 3. Reactivos


- 3.1. Solución para la digestión, rango alto: Añada 10,216 g de estándar primario de  $K_2Cr_2O_7$ , previamente secado a 150°C por 2 horas, 167 mL  $H_2SO_4$  concentrado y 33.3 g de  $HgSO_4$  a 500 mL de agua destilada. Disuelva, enfríe a temperatura ambiente y diluya a 1 L.
- 3.2. Solución para la digestión, rango bajo: Igual que en 3.1, pero usando solamente 1.022 g de  $K_2Cr_2O_7$ .
- 3.3. Reactivo de ácido sulfúrico: Añada 5.5 g de  $Ag_2SO_4$ , grado reactivo o técnico, cristales o polvo, por cada Kg de  $H_2SO_4$  concentrado. Deje en reposo por 1 a 2 días para que se disuelva. Mezcle.
- 3.4. Patrón de ftalato ácido de potasio o biftalato de potasio (KHP): Pulverice y seque el KHP a 110 °C hasta tener un peso constante. Disuelva 425 mg en agua destilada y afore a 1 L. El DQO teórico de esta solución de KHP es 500  $\mu g O_2/mL$ . Refrigere y almacene por un máximo de una semana.

### 4. Toma y preservación de muestras

Para determinación de la DQO, coleccionar muestras simples de 100 mL. Los envases podrán ser de vidrio o plástico y se deben lavar con detergente libre de fosfatos y agua destilada. Las muestras pueden degradarse durante su almacenamiento; por lo tanto, se deben analizar con prontitud. Si no es posible, refrigerarlas a 4°C y acidificar con  $H_2SO_4$  a  $pH < 2$ .

### 5. Procedimiento

- 5.1. Tratamiento de la muestra.
  - a) Mida 2.50 mL de muestra, 1.50 mL de solución para la digestión y 3.5 mL de reactivo de ácido sulfúrico, para un volumen total de 7.5 mL.
  - b) Si la mezcla de solución para la digestión y reactivo de ácido sulfúrico está premezclada (ya sea mezcla comercial o preparada por el laboratorio), vierta 2.50 mL de muestra para un volumen total de 7.5 mL. Si la mezcla se hace inmediatamente antes de la digestión, vierta la muestra en el tubo o ampolla de digestión y añada la solución para la digestión. Cuidadosamente, vierta el reactivo de ácido sulfúrico de tal manera que se forme una capa de ácido debajo de la

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda química de oxígeno – Reflujo cerrado – Método colorimétrico</p>	<p><b>Código</b> : P-027  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 3 de 4  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

capa de muestra-solución de digestión. Una vez estén la mezcla y la muestra en el tubo de digestión, tape los tubos o ampollas e invierta varias veces para mezclar completamente. Realice este procedimiento con las muestras, blanco y los patrones de trabajo y de control.

- c) Coloque los tubos preparados en el bloque de digestión precalentado a 150 °C y ponga en reflujo por 2 horas. Precaución: La digestión genera vapores que harán que los tubos estén a presión; por lo tanto, use protección para manos y cara.
- d) El volumen de cada tubo debe ser el mismo para cada muestra. Por lo tanto, el volumen de cada componente debe medirse con exactitud. Se pueden usar tubos de digestión con reactivos premezclados disponibles comercialmente.

#### 5.2. Reducción del dicromato.

- a) Enfríe a temperatura ambiente lentamente para evitar la formación de precipitado.
- b) Si es necesario, libere la presión generada durante la digestión.
- c) Mezcle el contenido del tubo con el agua condensada y suelte la materia insoluble. Deje que la materia insoluble sedimente y asegúrese que no hay nada que bloquee el haz de luz del espectrofotómetro.
- d) Lea la absorción para cada blanco, muestra y patrón en la longitud de onda correspondiente ( $\lambda=600$  nm para DQO en el rango de 100-900 mg/L y  $\lambda=420$  nm para DQO  $\leq 90$  mg/L).

### 6. Curva de calibración.

Prepare por lo menos 5 patrones de KHP para cubrir cada rango de concentración (100-900 mg/L y  $\leq 90$  mg/L). Realice el mismo tratamiento a los patrones que a las muestras. Prepare la curva de calibración con cada lote nuevo de ampollas o tubos comerciales o cada vez que los patrones difieran  $\geq 5\%$  de la curva de calibración, la cual debe ser lineal.


### 7. Controles

#### 7.1. Blanco

Use agua desionizada tratada igual que todas las muestras. Corra un blanco por cada grupo de muestras

#### 7.2. Réplicas

Haga una réplica de cada muestra. Las muestras no homogéneas podrían requerir más de una réplica para lograr una medición más exacta.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda química de oxígeno – Reflujo cerrado – Método colorimétrico</p>	<p><b>Código</b> : P-027  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 4 de 4  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

### 7.3. Patrón de control

Prepare un patrón de control con una concentración en la parte media de la curva, por cada grupo de muestras. Trate el patrón igual como a las muestras, incluyendo la réplica.

## 8. Cálculos

8.1. Si el espectrofotómetro permite lecturas directas, lea la DQO según la curva de calibración del instrumento.

8.2. Cuando las muestras, patrones y blancos se analizan bajo las mismas condiciones y volúmenes, calcule el DQO así:


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

## 9. Registros

Formulario ANAM-HT DQO-001, Hoja de trabajo para análisis de DQO.

## 10. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</p>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 1 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

## 1. Alcance y aplicaciones.

La demanda bioquímica de oxígeno (DBO) es una prueba usada para la determinación de los requerimientos de oxígeno para la degradación bioquímica de la materia orgánica en las aguas residuales municipales, industriales y aguas naturales. Su aplicación permite calcular los efectos de las descargas de los efluentes domésticos e industriales sobre la calidad de las aguas de los cuerpos receptores. Los resultados de la prueba de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO) se utilizan en ingeniería para diseñar las plantas de tratamiento de aguas residuales.

La prueba de la DBO es un bioensayo, que mide el oxígeno requerido por los organismos en sus procesos metabólicos al consumir la materia orgánica presente en las aguas residuales o naturales. Las muestras de agua o una dilución conveniente de las mismas, se incuban por cinco días a 20°C en la oscuridad. Las condiciones naturales de temperatura, población biológica, movimiento del agua, luz solar y la concentración de oxígeno no pueden ser reproducidas en el laboratorio. Los resultados obtenidos deben tomar en cuenta los factores anteriores para lograr una interpretación adecuada.

La disminución de la concentración de oxígeno disuelto (OD) durante el periodo de incubación, medida por el método Winkler, produce una medida de la DBO.

La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 5210 B.


## 2. Materiales y equipo

- 2.1. Botellas de incubación para la DBO, de 250 a 300 mL de capacidad. Lavarlas con detergente libre de fosfatos, enjuagarlas varias veces, y escurrirlas antes de su uso.
- 2.2. Incubadora de aire o baño de agua, controlada por termostato a  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ ; eliminar cualquier fuente luminosa para evitar producción fotosintética de OD.

## 3. Reactivos

Prepare los reactivos con anterioridad. Sin embargo, si se presenta alguna señal de precipitación o crecimiento biológico, descartar. Para la preparación de los reactivos, use productos de pureza grado reactivo o mejor y agua destilada o su equivalente.

- 3.1. **Solución tampón de fosfato:** Disolver 8,5 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 21,75 g de  $\text{K}_2\text{HPO}_4$ , 33.4 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , y 1.7 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  en aproximadamente 500 mL de agua destilada y diluir a 1 L. El pH debe ser 7.2 sin necesidad de ajustes. Como alternativa, disuelva 42.5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  y 1.7 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  en aproximadamente 700 mL de agua destilada. Ajuste el pH a 7.2 con NaOH al 30% y diluir a 1L.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</h3>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 2 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

- 3.2. **Solución de sulfato de magnesio:** Disolver 22.5 g de  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  en agua destilada y diluir a 1 L.
- 3.3. **Solución de cloruro de calcio:** Disolver 27.5 g de  $CaCl_2$  en agua destilada y diluir a 1L.
- 3.4. **Solución de cloruro férrico:** Disolver 0.25g de  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  en agua destilada, diluir a 1L
- 3.5. **Soluciones ácida y alcalina:** 1 N, para neutralización de muestras alcalinas o ácidas.
  - a) **Ácido.** A un volumen apropiado de agua destilada agregar muy lentamente y mientras se agita, 28 mL de ácido sulfúrico concentrado; diluir a 1 L.
  - b) **Álcali.** Disolver 40 g de hidróxido de sodio en agua destilada y diluir a 1 L.
- 3.6. **Solución de sulfito de sodio:** Disolver 1.575 g de  $Na_2SO_3$  en 1000 mL de agua destilada. Esta solución no es estable y se debe preparar diariamente.
- 3.7. **Inhibidor de nitrificación:** 2-cloro-6-(triclorometil) piridina. Use TCMP pura o preparaciones comerciales.
- 3.8. **Solución de glucosa-ácido glutámico:** Secar a  $103^{\circ}C$  por 1 h glucosa y ácido glutámico grado reactivo. Disolver 150 mg de glucosa y 150 mg de ácido glutámico en agua destilada y diluir a 1 L. Preparar inmediatamente antes de su uso o mantenerla en condiciones estériles a  $4^{\circ}C$  o menos.
- 3.9. **Solución de cloruro de amonio:** Disolver 1.15 g de  $NH_4Cl$  en 500 mL de agua destilada, ajustar el pH a 7.2 con solución de NaOH, y diluir a 1 L. La solución contiene 0.3 mg de N/mL.

#### 4. Toma y preservación de muestras


Las muestras para determinación de la DBO pueden degradarse durante su almacenamiento, resultando en valores bajos de DBO. Por lo tanto, se deben analizar con prontitud; refrigerarlas a una temperatura cercana al punto de congelación. Antes del análisis se deben llevar a temperatura ambiente, cerca a  $20^{\circ}C$ .

##### 4.1. Muestras simples.

Para aguas superficiales, tomar muestras simples de 1 L. Si el análisis se realiza dentro de 2 h después de la toma de muestra no es necesario refrigerarlas; de lo contrario, guardar la muestra a  $4^{\circ}C$  o menos. Las muestras empleadas como instrumentos de fiscalización, deben ser analizadas antes de que transcurran 6 h a partir del momento de la toma. Cuando no se puede cumplir con el tiempo máximo de 6 horas, reportar junto con los resultados el tiempo y la temperatura de almacenamiento. Bajo ninguna circunstancia iniciar el análisis después de 24 h de haber tomado la muestra.

##### 4.2. Muestras compuestas

Para aguas residuales, tomar muestra compuesta. Mantener las muestras a  $4^{\circ}C$  o menos durante el proceso de composición, que se debe limitar a 24 h. Aplicar los mismos criterios que para las muestras simples, contando el tiempo transcurrido desde el final del

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</p>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 3 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

período de composición. Especificar el tiempo y las condiciones de almacenamiento como parte de los resultados.

## 5. Preparación de la muestra y pretratamiento.

### 5.1. pH

Verificar que el pH está entre 6.0 y 8.0. Puede verificar el pH de la muestra según el método 4500-H+ del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition. Las muestras con pH fuera de este rango, deben neutralizarse a pH 7.0-7.2 ( $T=20\pm 3$  °C) con una solución de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) o hidróxido de sodio (NaOH) de concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra en más de 0.5%. El pH del agua de dilución no debe afectarse por la dilución más baja. Siempre inocule las muestras a las que haya ajustado el pH.

### 5.2. Muestras con residual de cloro

Si hay cloro residual, declorar la muestra. En algunas muestras, el cloro se elimina si se dejan 1 ó 2 h a la luz, lo cual puede suceder durante el transporte y manejo de la muestra. Para muestras en las cuales el cloro residual no se disipa en un tiempo razonablemente corto, eliminar el cloro residual por adición de añadiendo una solución de  $Na_2SO_3$ . Determine el volumen de  $Na_2SO_3$  requerido en una porción de 100 a 1000 mL de la muestra, previamente neutralizada, por la adición de 10 mL de ácido acético 1 + 1 o  $H_2SO_4$  1 + 50, 10 mL de solución de yoduro de potasio (10 g KI/100 mL), por cada 1000 mL de muestra; el volumen resultante se titula con una solución de  $Na_2SO_3$  hasta su punto final, según el indicador almidón-yodo. Añada el volumen relativo de solución de  $Na_2SO_3$  determinado a la muestra neutralizada, mezclar bien y dejar en reposo cerca de 10 a 20 minutos. Verifique si queda cloro residual. (NOTA: Un exceso de  $Na_2SO_3$  en la muestra, consume oxígeno y reacciona con ciertas cloraminas orgánicas que pueden estar presentes en muestras tratadas). Siempre inocule las muestras que han sido decloradas.


### 5.3. Muestras contaminadas con sustancias tóxicas.

Las muestras de aguas residuales provenientes de industrias, por ejemplo electroquímicas, contienen metales tóxicos. Estas muestras requieren de estudios especiales y deben ser tratadas antes de medir la DBO.

### 5.4. Muestras sobresaturadas con OD.

Las muestras procedentes de aguas en que la producción primaria es alta están sobresaturadas de OD a 20°C. Para prevenir pérdidas de oxígeno durante la incubación, llevar la temperatura de la muestra a 20°C en una botella parcialmente llena, mientras se agita fuertemente o se burbujea aire comprimido filtrado y limpio.



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</p>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 4 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

### 5.5. Muestras con peróxido de hidrógeno

El peróxido de hidrógeno remanente en muestras de algunos procesos industriales de blanqueamiento (como plantas papeleras y textiles) pueden causar niveles de supersaturación de oxígeno para la determinación de DBO. Mezcle vigorosamente estas muestras en envases abiertos por suficiente tiempo para que el peróxido de hidrógeno se disipe antes de realizar el ensayo para DBO. Verifique la efectividad de la remoción observando la concentración de OD durante el mezclado o usando tiras de ensayo específicas para peróxido de hidrógeno. El mezclado se realiza de 1 a 2 horas dependiendo de la cantidad de peróxido presente. Si después de 30 minutos de finalizar el mezclado, el OD no aumenta más, se considera que la reacción del peróxido ya está completa.

## 6. Determinación de oxígeno disuelto.

Para determinar el oxígeno disuelto de una muestra, siga el método de Winkler o de modificación de azida (Standard Methods 4500-O C).

### 6.1. Reactivos

Solución de sulfato de manganeso (II): Se disuelve 480 g de  $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ , 400 g de  $MnSO_4 \cdot 2H_2O$  ó 364 g de  $MnSO_4 \cdot H_2O$  en agua destilada, fíltrese y dilúyase a 1 L. La solución de  $MnSO_4$  no debe dar color con almidón cuando se añade una solución acidificada de yoduro de potasio (KI).

Reactivo álcali-yoduro-azida: Se disuelve 500 g de NaOH (ó 700g de KOH) y 135 g de NaI (ó 150 g de KI) en 1 L. de agua destilada. Añadir 10 g de  $NaN_3$  disueltos en 40 mL de agua destilada. Este reactivo no debe dar color con una solución de almidón cuando se diluya y acidifique.

Ácido sulfúrico:  $H_2SO_4$  concentrado.


Almidón: Se utiliza una solución acuosa o mezclas solubles de polvo de almidón. Para preparar una solución acuosa, se disuelve 2g de almidón soluble calidad laboratorio y 0.2 g de ácido salicílico, como conservador, en 100 mL de agua destilada caliente.

Titulante de tiosulfato de sodio patrón: Se disuelve 6.205 g de  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  en agua destilada. Añada 1.5 mL de NaOH 6N ó 0.4 g de NaOH sólido y diluya a 1 L. Valore la solución con la solución de biyodato.

Solución patrón de biyodato de potasio: Se disuelve 812.4 mg de  $KH(IO_3)_2$  en agua destilada y diluya a 1 L.

### 6.2. Titulación

Añada 1 mL de solución de  $MnSO_4$  y 1 mL de álcali-yoduro-azida a la muestra (colectada en frasco de vidrio de 250 a 300 mL). Tape cuidadosamente para excluir las burbujas de


 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</p>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 5 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

aire y mezcle por inversión varias veces. Una vez que el precipitado se ha depositado, añada 1 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado para dejar un sobrenadante claro por encima del hidróxido de manganeso floculado. Volver a tapar y mezclar invirtiendo varias veces hasta disolución completa. Titular un volumen correspondiente a 200 mL de la solución anterior. Titule con la solución patrón de tiosulfato de sodio hasta color amarillo pálido. Añada unas gotas de la solución de almidón y continuar titulando hasta la primera desaparición del color azul.

Para 200 mL de muestra, 1 mL 0,025 M Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 1 mg/L OD


## 7. . Procedimiento

- 7.1. Preparación de agua de dilución. Colocar la cantidad de agua necesaria en una botella y agregar por cada litro, 1 mL de cada una de las siguientes soluciones: tampón fosfato, MgSO<sub>4</sub>, CaCl<sub>2</sub>, y FeCl<sub>3</sub>. Se recomienda que el tiempo máximo de almacenamiento del agua de dilución después de añadir estos reactivos sea de 24 horas, al menos que los blancos del agua de dilución cumplan con los límites de control de calidad consistentemente. Si el blanco del agua de dilución consume más de 0.2 mg /L se debe mejorar su purificación o emplear agua de otra fuente. Emplear material de vidrio bien limpio para proteger la calidad del agua. Llevar el agua de dilución a una temperatura de 20°C antes de su uso; saturarla con OD por agitación en una botella parcialmente llena, por burbujeo de aire filtrado libre de materia orgánica, o guardarla en botellas lo suficientemente grandes con tapón de algodón, para permitir su saturación.
- 7.2. Temperatura de la muestra. Llevar las muestras a 20 ± 1°C antes de hacer las diluciones.
- 7.3. Diluciones. Usando el agua de dilución preparada en 6.1, hacer por lo menos tres diluciones de la muestra para producir OD residual de por lo menos 1.0 mg/L y un consumo de OD de por lo menos 2.0 mg/L después de los 5 días de incubación. La experiencia con muestras de diferente origen permiten optimizar el número de diluciones requeridas; la correlación de la DQO con la DBO puede constituir una guía efectiva para la selección de las diluciones más convenientes. Si no se dispone de esta metodología, se pueden emplear las diluciones de 0.01 a 1.0 % para efluentes líquidos industriales, 1 a 5 % para efluentes industriales no tratados y decantados, 5 a 25 % para efluentes con tratamiento secundario o biológico, y 25 a 100 % para aguas naturales contaminadas. Las diluciones se efectúan en probetas y luego se transfieren a las botellas de DBO. Use una pipeta de punta ancha y añada el volumen deseado de la muestra preparada a las probetas individuales. Para diluciones mayores de 1:100, haga una dilución primaria antes de hacer la dilución

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</p>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 6 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

final en la botella. Llene las probetas por lo menos a 2/3 de su capacidad con agua de dilución sin que entre aire. Añada la cantidad apropiada de semilla e inhibidor de la nitrificación (si aplica). Termine de diluir al volumen final con agua de dilución. Mezcle bien, pero evitando que entre aire. Transfiera la mezcla diluida por sifón en botellas de DBO, cuidando que los sólidos no se asienten durante la transferencia.

- 7.4. Inoculación. Cuando sea necesaria la inoculación, agregar la semilla directamente al agua de dilución o a cada probeta o botella de DBO antes de la dilución. No inocule muestras de aguas residuales que pudiesen contener materiales tóxicos antes de la dilución. No filtre la suspensión o semilla antes de usarla. Agite la suspensión semilla al agregarla para asegurar que la misma cantidad de microorganismos se añada a cada botella. Registre el volumen exacto de suspensión añadido a cada botella. El consumo de OD atribuible a la semilla debe estar entre 0,6 a 1,0 mg/L, pero el volumen de la inoculación debe ajustarse de tal manera que los resultados de la verificación con glucosa y ácido glutámico sea de  $198 \pm 30$  mg/L.
- 7.5. Inhibición de la nitrificación. Las muestras que podrían requerir inhibición de la nitrificación incluyen efluentes tratados biológicamente, muestras inoculadas con efluentes tratados biológicamente y aguas de río, pero no se limitan necesariamente a estas. Añada 10 mg de TCMP/L a la muestra diluida o 3 mg de TCMP a cada botellas de 300 mL o probeta, después de la dilución inicial de la muestra, pero antes de llenar las botellas con el agua de dilución. (NOTA: Es posible que la TCMP se disuelva lentamente y permanezca flotando en la superficie de la muestra; algunas formulaciones comerciales se disuelven más fácilmente pero no son 100% puras, por lo que se debe ajustar la dosificación). En el reporte de los resultados registrar el uso del procedimiento de inhibición de la nitrificación.
- 7.6. Sello de las botellas. Llene cada botella con suficiente agua de dilución para que no queden burbujas en la botella al ponerle el tapón. Mezcle la muestra invirtiendo la botella varias veces. Para evitar la entrada de aire en la botella durante la incubación, se debe utilizar un sello de agua, que se puede lograr satisfactoriamente invirtiendo las botellas en un baño de agua o adicionando agua en el reborde cóncavo de la boca de las botellas especiales para DBO. Colocar una copa de papel o plástica o un forro de papel aluminio sobre la boca de la botella para reducir la evaporación del sello de agua durante la incubación.
- 7.7. Determinación del OD inicial. Si la muestra contiene sustancias que reaccionan fácilmente con el OD, es necesario determinar el OD antes de llenar la botella de DBO con la muestra diluida. Si el consumo de OD inicial es insignificante, el período entre la preparación de la dilución y la medida del OD inicial no es crítico. Emplear el método modificado de la azida (método yodométrico) para determinar el OD inicial

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</p>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 7 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

en todas las muestras diluidas, blancos y, si se considera necesario, en los controles de semilla. Prepare un botella adicional para la determinación de OD para cada dilución. Después de hacer las diluciones, determine el OD en los siguientes 30 minutos.

- 7.8. Incubación. Incubar a  $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$  las botellas con las diluciones, los controles de semilla, los blancos de agua de dilución y los patrones de glucosa-ácido glutámico. Incubar en la oscuridad.
- 7.9. Determinación del OD final. Determinar el OD en las muestras diluidas, los blancos y los patrones después de 5 días  $\pm$  6 h de incubación.

## 8. Controles

### 8.1. Residual y consumo mínimo de OD

Para que los resultados sean válidos, sólo se considerarán las botellas que den un consumo mínimo de 2.0 mg/L de OD y por lo menos un residual de OD de 1.0 mg/L de OD después de 5 días. Este criterio incluye los controles de semilla.


### 8.2. Verificación con glucosa-ácido glutámico (GAG)

La verificación con GAG es la base para establecer la exactitud y precisión del ensayo y la medida principal de la calidad de la semilla y la técnica de análisis. Con cada grupo de muestras se debe incluir 3 botellas de control de GAG.

Control de GAG: 20 mL de solución de GAG/L de agua de dilución ó 6.0 mL de solución de GAG en una botella de 300 mL. Esto es equivalente a una dilución al 2% de la solución estándar de GAG ó 3.0 mg glucosa/L y 3.0 mg de ácido glutámico/L en cada botella. El promedio de DBO de las tres botellas de control debe entrar en el rango de  $198 \pm 30.5$  mg/L. Si el promedio se encuentra fuera de este rango, evalúe las causas (agua de dilución contaminada, nitrificación, inoculación pobre o exagerada, presencia de materiales tóxicos, etc.) y realice las correcciones apropiadas.

### 8.3. Verificación del agua de dilución

Para verificar la calidad del agua de dilución sin inóculo y la limpieza de los materiales, usar una porción de la misma y llevarla junto con las muestras a través de todo el procedimiento. Con cada grupo de muestras se debe incubar una o más botellas de agua de dilución con las soluciones de nutrientes, minerales y tampón, pero sin semilla ni inhibidor de nitrificación. El consumo de OD en este control debe ser menor de 0.2 mg/L y preferiblemente no mayor de 0.1 mg/L. Si el consumo del blanco de agua de dilución consume más de 2.0 mg/L, descarte todos los resultados obtenidos con muestras diluidas con esta agua o identifique claramente en los resultados cuáles muestras usaron esta agua de dilución.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</p>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 8 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

#### 8.4. Verificación de la semilla o inóculo

Determinar la DBO del material inoculante como si se tratara de una muestra. De este valor y del conocimiento del dato del agua de dilución determinar el OD consumido. Hacer tres diluciones cuyo consumo sea entre 1.0 y 2.0 mg/L después de 5 días. La gráfica de la disminución de OD expresada en miligramos por litro contra los mililitros de inóculo, origina una recta cuya pendiente debe interpretarse como la disminución de OD por mililitro de inóculo. La intercepción de la recta con el eje de los valores de reducción del OD representa la disminución del oxígeno provocada por el agua de dilución, valor que debe ser inferior a 0.2 mg/L. El consumo de OD del agua de dilución más el inóculo puede estar en el rango de 0.6 a 1.0 mg/L.

### 9. Cálculos

Cuando el agua de dilución no ha sido inoculada:

$$DBO_5, \text{ mg/L O}_2 = (D_1 - D_2) / P$$

Cuando el agua de dilución ha sido inoculada:

$$DBO_5, \text{ mg/L O}_2 = [(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) * V_s] / P$$

donde:

$D_1$  = OD inicial, mg/L,

$D_2$  = OD final (después de 5 d de incubación a 20°C), mg/L,

P = fracción volumétrica decimal de la muestra empleada (factor de dilución),

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


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

$V_s$  = volumen de semilla en la botella respectiva, mL

Si el consumo de OD es menor de 2.0 mg/L en muestras sin dilución, el consumo se puede reportar como la DBO aunque este sea menor de 2.0 mg/L.

En estos cálculos no se hace corrección por el OD consumido por el blanco de agua de dilución durante la incubación. Esta corrección no es necesaria si el agua de dilución cumple el criterio de blanco estipulado en el procedimiento. Si el agua de dilución no cumple este criterio, la corrección es difícil y los resultados serán cuestionables.

Los resultados obtenidos para las diferentes diluciones pueden ser promediados. Este promedio se puede hacer si no hay evidencia de toxicidad en las muestras menos diluidas o de alguna alteración detectable.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno – DBO5</p>	<p><b>Código</b> : P-026  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 9 de 9  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

Reporte como CDBO5 cuando se inhibió la nitrificación.

Identifique los resultados donde no se cumplen los siguientes controles:


- a) OD residual mínimo es menor de 1.0 mg/L
- b) Consumo de OD en el agua de dilución excede 2.0 mg/L.
- c) Verificación con GAG está fuera del rango aceptable (ver 7.2)
- d) Los duplicados y triplicados muestran una diferencia de 30%
- e) Los controles de semilla no cumplen los criterios (ver 7.4)

## 10. Registros

- a. Formulario LAB-ANAM-HTDBO-001, Hoja de trabajo para análisis de DBO

## 11. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Nitrógeno Total</h3>	<p>Código : P-xxx  Revisión : 2  Vigencia : 30/01/2012  Página : 1 de 12  Aprobado : OP</p>
---	--	---

## Método Persulfato

### 1. Alcance y aplicaciones

El método persulfato determina el nitrógeno total por la oxidación a nitrato de todos los compuestos nitrogenados. Si se determinara individualmente el amoníaco, nitrato y nitrito, se puede obtener el “nitrógeno orgánico” por la diferencia de los nitratos y nitritos con el amoníaco.

- a. *Principio:* La oxidación alcalina de 100 a 110°C convierte el nitrógeno orgánico e inorgánico al nitrato. El nitrógeno total se determina a través de analizar el nitrato en el digestor.
- b. *Selección del método de medición de nitrato:* Se puede usar la reducción automática o manual de cadmio para determinar el nitrógeno total en niveles por debajo de 2.9 mg N/L.

La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 4500-N C.

### 2. Materiales y equipo

- 2-1. *Autoclave o plato calentador y olla de presión* capaces de producir 100 a 110°C por 30 min.
- 2-2. *Tubos de vidrio para cultivo:*\* 30-mL con tapa roscada (tapas de polipropileno sin revestimiento), 20 mm OD x 150 mm longitud. Limpie antes del uso inicial con el autoclave con reactivo digestivo.
- 2-3. *Aparato para determinar el nitrato:* Véase el Procedimiento para  $\text{NO}_3^-$ .

### 3. Reactivos

- 3-1. *Agua libre de amonia y libre de nitrato:* Se prepara a través de los métodos de intercambio iónico o destilación como se instruye en 4500-NH<sub>3</sub>.B.3a y 4500-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.B.3a.
- 3-2. *Solución madre de nitrato:* Prepare como se explica en 4500- NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.B.3b.
- 3-3. *Solución intermedia de nitrato:* Prepare como se explica en 4500- NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.B.3c.
- 3-4. *Solución madre de ácido glutámico:* Deseque el ácido glutámico, C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>NH<sub>2</sub>(COOH)<sub>2</sub>, en un horno a 105°C por 24 h. Disuelva 1.051 g en agua y se diluye hasta 1000 mL; 1.00 mL = 100 µg N. Preserve con 2 mL CHCl<sub>3</sub>/L.
- 3-5. *Solución intermedia de ácido glutámico:* Se diluye 100 mL de la solución madre de ácido glutámico hasta 1000 mL con agua; 1.00 mL = 10.0 µg N. Preserve con 2 mL CHCl<sub>3</sub>/L.


 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Nitrógeno Total</h3>	<p>Código : P-xxx  Revisión : 2  Vigencia : 30/01/2012  Página : 2 de 12  Aprobado : OP</p>
---	--	---

- 3-6. *Reactivo de digestión:* Disuelva 20.1g de persulfato de potasio (<0.001% N),  $K_2S_2O_8$ , y 3.0 g NaOH en agua y se diluye hasta 1000 mL inmediatamente antes de usar.
- 3-7. *Solución reguladora de borato:* Disuelva 61.8 g de ácido bórico,  $H_3BO_3$ , y 8.0 g de NaOH en agua y se diluye hasta 1000 mL.
- 3-8. *Solución de sulfato de cobre:* Disuelva 2.0 g  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  en 90 mL de agua y se diluye hasta 100 mL.
- 3-9. *Solución de cloruro de amonio:* Disuelva 10.0 g  $NH_4Cl$  en 1 L de agua. Ajuste hasta lograr pH 8.5, agregando tres o cuatro gránulos de NaOH, según sea necesario o una solución de NaOH antes de llenar el volumen. Este reactivo es estable para 2 semanas cuando está refrigerado.
- 3-10. *Reactivo de color:* Combine 1500 mL de agua, 200.0 mL de ácido fosfórico conc.  $H_3PO_4$ , 20.0 g de sulfanilamida, y 1.0 g de *N*-(1-naftil)-etilendiamina diclorhidrato. Se diluye hasta 2000 mL. Agregue 2.0 mL polioxietilenado 23 lauril éter. † Guarde a 4°C en la oscuridad. Prepare reactivo fresco cada 6 semanas. Alternativamente, prepare volúmenes proporcionalmente más pequeños para minimizar el desperdicio.

#### 4. Procedimiento

- 4-1. *Curva de calibración:* Prepare patrones de calibración de  $NO_3^-$  en la gama de 0 a 2.9 mg  $NO_3^-$  - N/L diluyendo hasta 100 mL los volúmenes siguientes de la solución intermedia de nitrato: 0, 1.00, 2.00, 4.00... 29.0 mL. Trate los patrones en la misma manera que las muestras.
- 4-2. *Patrón de revisión de digestión:* Prepare el patrón de revisión de digestión de ácido glutámico de 2.9 mg N/L a través de diluir hasta 100 mL, un volumen de 29.0-mL de solución intermedia de ácido glutámico. Trate el patrón de revisión de digestión en la misma manera que las muestras.
- 4-3. *Digestión:* Muestras preservadas con ácido no se pueden analizar por este método. A un tubo de cultivo agregue 10.0 mL de la muestra o patrón, o una porción diluida hasta 10.0 mL. Agregue 5.0 mL de reactivo digestivo. Cierre apretadamente. Mezcle a través de invertir dos veces. Caliente por 30 min en un autoclave u olla de presión de 100 a 110°C. Enfríe lentamente hasta temperatura ambiente. Agregue 1.0 mL de la solución amortiguadora de borato. Mezcle por lo menos dos veces.
- 4-4. *Blanco:* Lívese un blanco de reactivo por todos los pasos del procedimiento y aplique las correcciones necesarias a los resultados.
- 4-5. *Medición de nitrato:* Determine el nitrato a través de la reducción de cadmio. Establecer el colector como se muestra en la Figura 4500- $NO_3^-$ :2, pero use el cloruro de amonio y los reactivos de color especificados en ¶s 3i y el j más arriba.



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Nitrógeno Total</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 3 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---	--

## 5. Cálculo.

Prepare la curva estándar a través de trazar las absorciones o alturas de los picos de los patrones de calibración de nitrato llevado a cabo por el procedimiento de digestión contra las concentraciones de nitrógeno. Calcule la concentración de la muestra de N orgánico a través de comparar la absorción de muestra o altura del pico con la curva estándar.

## 6. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.

## 7. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Nitrógeno Total</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 4 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---	--

## Determinación de Nitrato


### Método de Reducción de Cadmio

#### 1. Alcance y aplicaciones

- 1-1. *Principio:* El  $\text{NO}_3^-$  se reduce casi cuantitativamente a nitrato ( $\text{NO}_2^-$ ) en la presencia de cadmio (Cd). Este método usa gránulos de Cd, comercialmente disponibles, tratados con sulfato de cobre ( $\text{CuSO}_4$ ) y empacados en una columna de vidrio. El  $\text{NO}_2^-$  producido de esta manera se determina a través de la diazotización con sulfanilamida y acoplamiento con N-(1-naftil) etilendiamina diclorhidrato para formar un colorante azoico altamente colorido que se mide colorimétricamente. Se puede hacer una corrección para cualquiera  $\text{NO}_2^-$  que esté presente en la muestra a través de analizar sin incluir el paso de reducción. La gama aplicable de este método es de 0.01 a 1.0 mg  $\text{NO}_3^-$ -N/L. Se recomienda este método especialmente para  $\text{NO}_3^-$  en niveles por debajo de 0.1 mg N/L donde otros métodos carecen de la sensibilidad adecuada.
- 1-2. *Interferencias:* La materia suspendida en una columna obstaculizará el flujo de la muestra. Para muestras turbidas, véase el ¶ A.I. Las concentraciones de hierro, cobre u otros metales en cantidades arriba de algunos miligramos por litro, bajan la eficiencia de la reducción. Agregue EDTA a las muestras para eliminar dicha interferencia. Aceite y grasa van a cubrir la superficie de Cd. Se quita por la extracción previa con un solvente orgánico (véase Sección 5520). El cloro residual puede interferir a través de oxidar la columna de Cd, reduciendo su eficiencia. Verifique las muestras para el cloro residual (véase los métodos DPD en la Sección 4500-Cl). Se quita el cloro residual a través de agregar la solución de tiosulfato sódico ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) (Sección 4500-NH<sub>3</sub>.B.3d). Un color de muestra que absorbe en aproximadamente 540 nm interfiere.

#### 2. Materiales y equipo

- 2-1. *Columna de reducción:* Compre la columna\* (Figura 4500-  $\text{NO}_3^-$ : 1) o constrúyala de una pipeta volumétrica de 100-mL a través de remover la porción superior. Se puede construir la columna también de dos piezas de tubería unidas de punta a punta: junte una tubería de 3-cm-ID de 10-cm de longitud con una tubería de 3.5-mm-ID de 25-cm de longitud. Agregue una llave de TFE con una válvula dosificadora<sup>1</sup> para controlar la tasa de flujo.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Nitrógeno Total</h3>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 5 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	--

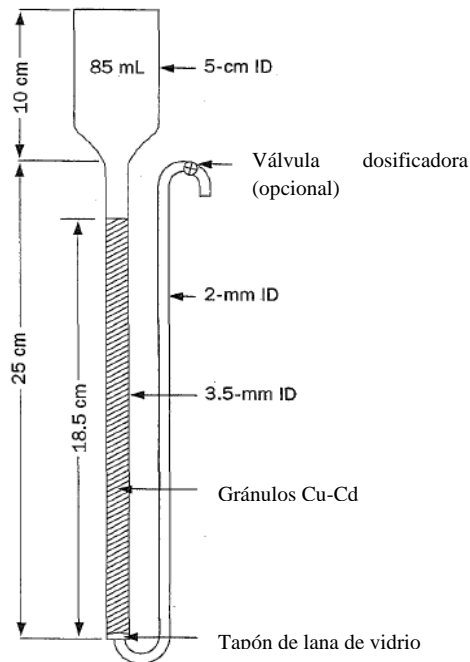


Figura 4500- NO<sub>3</sub>: 1. Columna de reducción

2-2. *Equipo colorimétrico*: Se requiere uno de los siguientes:

*Espectrofotómetro*, para usar en 543 nm, suministrando un haz de luz de 1 cm de longitud o más.

### 3. Reactivos

3-1. *Agua libre de nitrato*: Véase ¶ B.3a. La absorción de un reactivo blanco preparado con esta agua no debe exceder el 0.01. Se usa para todas las soluciones y diluciones.

3-2. *Gránulos de cobre-cadmio*: Lave 25 g de gránulos de Cd nuevos o usados † de malla 20 a 100 con 6MHC1 y enjuague con agua. Remolinee el Cd con un solución de 100 mL 2% CuSO<sub>4</sub> por 5 min o hasta el color azul se descolora parcialmente. Decante y repita con CuSO<sub>4</sub> fresco hasta se comienza a desarrollar un precipitado coloidal de color chocolate. Suavemente lave a chorro para remover todo el Cu precipitado.


3-3. *Reactivo de color*: Prepare como se instruye en la Sección 4500- NO<sub>2</sub>-B.3b.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Nitrógeno Total</h3>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 6 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	--

- 3-4. *Solución de cloruro de amonio-EDTA*: Disuelva 13 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y 1.7 g etilendiaminotetraacético disódico en 900 mL de agua. Ajuste a pH 8.5 conc  $\text{NH}_4\text{OH}$  y diluye a 1 L.
- 3-5. *Solución diluida de cloruro de amonio-EDTA*: Diluya 300 mL de la solución  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -EDTA a 500 mL con agua.
- 3-6. *Ácido clorhídrico, HCl, 6N*.
- 3-7. *Solución de sulfato de cobre, 2%*: Disuelve 20 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en 500 mL de agua y diluya a 1 L.
- 3-8. *Solución madre de nitrato*: Prepare como se instruye en ¶ B.3b.
- 3-9. *Solución intermedia de nitrato*: Prepare como se instruye en ¶ B.3c.
- 3-10. *Solución madre de nitrito*: Véase la Sección 4500- $\text{NO}_2^-$  .B.3e.
- 3-11. *Solución intermedia de nitrito*: Véase la Sección 4500- $\text{NO}_2^-$  .B.3f
- 3-12. *Solución de trabajo de nitrito*: Diluya 50.0 mL de la solución intermedia de nitrito a 500 mL con agua libre de nitrito; 1.00 mL = 5  $\mu\text{g}$   $\text{NO}_2^-$ -N.

#### 4. Procedimiento

- 4-1. *Preparación de la columna de reducción*: Inserta un tapón de lana de vidrio en el fondo de la columna de reducción y llene con agua. Agregue gránulos de Cu-Cd suficiente para producir una columna de 18.5 cm de longitud. Mantenga el nivel de agua por encima del nivel de los gránulos Cu-Cd para evitar atrapar el aire. Lave la columna con 200 mL de la solución diluida de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -EDTA. Active la columna a través de pasar por ella, de 7 a 10 mL/min, por lo menos 100 mL de una solución compuesta de 25% del estándar 1.0 mg  $\text{NO}_3^-$  -N/L y 75% de la solución  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -EDTA.
- 4-2. *Tratamiento de la muestra*:
- Eliminación de turbiedad – Para muestras turbidas, véase † A.I.
  - Ajuste de pH – Ajuste el pH entre 7 y 9, según la necesidad, usando un medidor de pH y diluya HCl o NaOH. Esto asegura un pH de 8.5 después de agregar la solución  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -EDTA.
  - Reducción de muestra – A una muestra de 25.0 mL o una porción diluida a 25.0 mL, agregue 75 mL de la solución  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -EDTA y mezcle. Vierta la muestra mezclada en la columna y recolecte a una tasa de 7 a 10 mL/min. Deseche los primeros 25 mL. Recolecte el resto en el matraz de la muestra original. No hay necesidad de lavar las columnas entre las muestras, pero si no se va a reusar las columnas por varias horas o más, vierta desde encima 50 mL de la solución  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -EDTA déjela pasar por el sistema. Mantenga la columna Cu-Cd en esta solución y nunca permita que se seque.
  - Desarrollo y medición del color – Tan pronto como sea posible, y no más de 15 min después de la reducción, agregue 2.0 mL de reactivo de color a la muestra

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Nitrógeno Total</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 7 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---	--

de 50 mL y mezcle. Entre 10 min y 2 h después, mida la absorción a 543 nm contra el reactivo blanco de agua destilada. **NOTA:** Si la concentración de  $\text{NO}_3^-$  exceda la gama de la curva estándar (aproximadamente 1 mg N/L), use el resto de la muestra reducida para hacer una dilución apropiada y analice de nuevo.

- 4-3. **Estándares:** Usando la solución intermedia de  $\text{NO}_3^-$ -N, prepare estándares en la gama de 0.05 a 1.0 mg  $\text{NO}_3^-$ -N/L a través de diluir los volúmenes siguientes a 100 mL en matraces aforadas: 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, y 10.0 mL. Lleve a cabo la reducción de estándares exactamente como se describe para las muestras. Compare por lo menos un estándar de  $\text{NO}_2^-$  con un estándar de  $\text{NO}_3^-$  reducido que tiene la misma concentración para verificar la eficiencia de la columna de reducción. Se reactivan los gránulos de Cu-Cd como se describe en ¶ 3b arriba cuando la eficiencia de la reducción cae por debajo de 75%.

## 5. Cálculo

Obtenga una curva estándar a través de trazar la absorción de estándares contra la concentración de  $\text{NO}_3^-$ -N. Calcule las concentraciones de muestras directamente de la curva estándar. Ponga en miligramos oxidados de N por litro (la suma de  $\text{NO}_3^-$ -N más  $\text{NO}_2^-$ -N), a menos que se determine aparte la concentración de  $\text{NO}_2^-$ -N y la sustraiga.

## 6. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.

Formulario

## 7. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Nitrógeno Total</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 8 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---	--

## Determinación de Nitrito Método Colorimétrico

### 1. Alcance y aplicaciones

- 1-1. *Principio:* Se determina el nitrito ( $\text{NO}_2^-$ ) a través de la formación de un colorante azoico de púrpuro rojizo producido en pH 2.0 a 2.5 por el acoplamiento de sulfanilamida diazotizada con N-(1-naftil) etilendiamina diclorhidrato (NED diclorhidrato). La gama aplicable del método para mediciones espectrofotométricas es de 10 a 1000  $\mu\text{g NO}_2^-$ -N/L. Se puede hacer las mediciones fotométricas en la gama de 5 a 50  $\mu\text{g N/L}$  si se usa un haz de luz de 5-cm y un filtro de color verde. El sistema de color obedece a la ley de Beer hasta 180  $\mu\text{g N/L}$  con un haz de luz de 1-cm en 543 nm. Se puede determinar concentraciones mayores de  $\text{NO}_2^-$  a través de diluir la muestra.
- 1-2. *Interferencias:* La incompatibilidad química hace improbable que el  $\text{NO}_2^-$ , cloro libre, y el tricloruro de nitrógeno ( $\text{NCl}_3$ ) coexistan. El  $\text{NCl}_3$  da un color rojizo falso cuando se agrega el reactivo de color. Los siguientes iones interfieren debido a la precipitación bajo condiciones de ensayo y deben estar ausentes:  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Au}^{3+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ , chloroplatinate ( $\text{PtCl}_6^{2-}$ ), y metavanadate ( $\text{VO}_3^{2-}$ ). El ion de cúprico podría causar resultados bajos por catalizar la descomposición de sal diazonio. Los iones coloridos que alteran el sistema de color también deben estar ausentes. Elimine los sólidos suspendidos a través de la filtración.
- 1-3. *Almacenamiento de la muestra:* Nunca use la preservación con ácido para las muestras que se analizarán por el  $\text{NO}_2^-$ . Haga la determinación de una vez con muestras frescas para evitar la conversión bacteria de  $\text{NO}_2^-$  a  $\text{NO}_3^-$  o  $\text{NH}_3$ . Para la preservación de corto plazo de 1 a 2 d, congele a  $-20^\circ\text{C}$  o guarde a  $4^\circ\text{C}$ .

### 2. Materiales y equipo

*Equipo colorimétrico:* Se requiere uno de los siguientes:


- 1) *Espectrofotómetro*, para usar en 543 nm, suministrando un haz de luz de 1 cm de longitud o más.

### 3. Reactivos

- 3-1. *Agua libre de nitrito:* Si no se sabe si el agua destilada o agua desmineralizada está libre de  $\text{NO}_2^-$ , use cualquiera de los procedimientos siguientes para preparar el agua libre de nitrito.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Nitrógeno Total</h3>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 9 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	--

- a. Agregue a 1 L de agua destilada un pequeño cristal cada una de  $\text{KMnO}_4$  y de  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  o de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Destile de nuevo en un aparato de vidrio de borosilicato entero y deseche el 50 mL inicial del destilado. Recolecte la fracción de destilado que está libre de permanganato; un color rojo con el reactivo DPD (Sección 4500-CI.F.2b) indica la presencia del permanganato.
  - b. Agregue 1 mL de cone  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y 0.2 mL de solución de  $\text{MnSO}_4$  (36.4 g  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ /100 mL agua destilada) a cada 1 L de agua destilada, y hágala rosada con 1 a 3 mL de solución de  $\text{KMnO}_4$  (400mg $\text{KMnO}_4$ /L agua destilada). Destile de nuevo como se describe en el párrafo anterior.  
Use agua libre de nitrito en la confección de todos los reactivos y diluciones.
- 3-2. Reactivo de color: A 800mL de agua agregue 100 mL 85% ácido fosfórico y 10g sulfanilamida. Después de disolver completamente la sulfanilamida, agregue 1 g de N-(1-naftil) etilendiamina diclorhidrato. Mezcle para disolver, luego diluya a 1 L con agua. La solución es estable para aproximadamente un mes cuando esté guardada en una botella oscura en la refrigeradora.
  - 3-3. *Oxalato de sodio, 0.025M (0.05N)*: Disuelve 3.350 g  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , calidad estándar principal, en agua y diluya a 1000 mL.
  - 3-4. *Sulfato amónico ferroso, 0.05M (0.05N)*: Disuelve 19.607 g  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  más 20 mL cone  $\text{H}_2\text{SO}_4$  en agua y diluya a 1000 mL. Estandarice como se explica en la Sección 5220B.3d.
  - 3-5. *Solución madre de nitrito*: El reactivo de calidad comercial de  $\text{NaNO}_2$  ensaya a menos de 99%. Debido a que el  $\text{NO}_2^-$  se oxide fácilmente en la presencia de humedad, use una botella nueva del reactivo en la preparación de la solución madre y mantenga las botellas firmemente tapadas contra el acceso libre de aire cuando no estén en uso. Para determinar el contenido de  $\text{NaNO}_2$ , agregue un exceso conocido de la solución estándar de 0.05N  $\text{KMnO}_4$  (véase ¶ h abajo), elimine el color permanganato con una cantidad conocida de reductor estándar, tal como 0.025M  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  o 0.05M  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ , y valore por retroceso con la solución estándar de permanganato.
    - a. Preparación de la solución madre - Disuelve 1.232 g  $\text{NaNO}_2$  en agua y diluya a 1000 mL; 1.00 mL = 250  $\mu\text{g}$  N. Preserve con 1 mL  $\text{CHCl}_3$ .
    - b. Estandarización de la solución madre de nitrito – Introduzca con pipeta, en el siguiente orden, 50.00 mL estándar 0.05M $\text{KMnO}_4$ , 5 mL conc  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , y 50.00 mL solución madre de  $\text{NO}_2^-$  en un matraz o botella con tapón de vidrio. Sumerja la punta de la pipeta bastante por debajo de la superficie de la solución de permanganato-ácido mientras agrega la solución madre de  $\text{NO}_2^-$ . Sacuda suavemente y caliente de 70 a 80°C en una placa calefactora. Elimine el color de permanganato a través de agregar porciones suficientes de 10-mL de 0.025M  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  estándar. Valore el exceso de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  con 0.05N  $\text{KMnO}_4$  hasta el color final de rosado tenue. Lleve un blanco de agua a través del

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Nitrógeno Total</h3>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 10 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	---

procedimiento entero y haga las correcciones necesarias en el cálculo final como se muestra en la ecuación más abajo. Si se sustituye la solución estándar de sulfato amónico ferroso de 0.05M para el  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , omita la calefacción y extienda el período de reacción entre el  $\text{KMnO}_4$  y  $\text{Fe}^{2+}$  a 5 min antes de hacer la valoración final de  $\text{KMnO}_4$ . Calcule el contenido de  $\text{NO}_2^-$ -N de la solución madre por la siguiente ecuación

$$A = \frac{[(B \cdot C) - (D \cdot E)] \cdot 7}{F}$$


donde:

- A = mg  $\text{NO}_2^-$ -N/mL en solución madre de  $\text{NaNO}_2$
- B = mL total del  $\text{KMnO}_4$  estándar usado,
- C = normalidad del  $\text{KMnO}_4$  estándar,
- D = mL total del reductor estándar agregado,
- E = normalidad del reductor estándar, y
- F = mL de la solución madre de  $\text{NaNO}_2$  tomada por valoración.

Cada 1.00 mL de 0.05N  $\text{KMnO}_4$  consumido por la solución de  $\text{NaNO}_2$  corresponde a 1725  $\mu\text{g}$   $\text{NaNO}_2$  o 350  $\mu\text{g}$   $\text{NO}_2^-$ -N.

- 3-6. *Solución intermedia de nitrito*: Calcule el volumen, G, de la solución madre de  $\text{NO}_2^-$  requerido para la solución intermedia de  $\text{NO}_2^-$  desde  $G = 12.5/A$ . Diluya el volumen G (aproximadamente 50 mL) a 250 mL con agua; 1.00 mL = 50.0  $\mu\text{N}$ . Prepare diariamente.
- 3-7. *Solución estándar de nitrito*: Diluya 10.00 mL de la solución intermedia de  $\text{NO}_2^-$  a 1000 mL con agua; 1.00 mL = 0.500  $\mu\text{N}$ . Prepare diariamente.
- 3-8. *Reactivo estándar de permanganato potásico, 0.05N*: Disuelve 1.6 g de  $\text{KMnO}_4$  en 1L de agua destilada. Guarde en una botella de vidrio pardo con tapón y deje madurar por lo menos por una semana. Decante o pase por pipeta cuidadosamente el sobrenadante sin revolver ningún sedimento. Estandarice esta solución frecuentemente por el siguiente procedimiento:  
Pese al 0.1 mg más cercano varias muestras de 100- a 200-mg de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  anhidro en vasos de 400-mL. En cada vaso agregue, a su vez, 100 mL de agua destilada y revuelva hasta disolver. Agregue 10 mL 1 + 1  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y caliente rápidamente a 90 a 95°C. Valore rápidamente con la solución de permanganato que se va a estandarizar, mientras revuelva, hasta tener un color punto final de rosada tenue que persiste por lo menos por 1 min. No deje caer la temperatura por debajo de 85°C. Si es necesario, caliente el contenido del vaso durante la valoración; 100 mg consumirá aproximadamente 6 mL de solución. Lleve un blanco de agua destilada y  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Nitrógeno Total</h3>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 11 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	---

$$\text{Normalidad de KMnO}_4 = \frac{\text{gNa}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(A - B) \times 0.067}$$

donde:

A = mL de reactivo para muestra y

B = mL de reactivo para blanco.

Busque el promedio de resultados de varias valoraciones.

#### 4. Procedimiento

- 4-1. *Eliminación de sólidos suspendidos*: Si la muestra contiene sólidos suspendidos pase por una membrana filtrante con diámetro de poro de 0.45- $\mu\text{m}$ .
- 4-2. *Desarrollo de color*: Si el pH de la muestra no está entre el 5 y 9, ajuste a dicha gama con 1M HCl o  $\text{NH}_4\text{OH}$  según lo requerido. A la muestra de 50.0 mL, o a una porción diluida a 50.0 mL, agregue 2 mL de reactivo de color y mezcle.
- 4-3. *Medición fotométrico*: Entre 10 min y 2 h después de agregar el reactivo de color a las muestras y estándares, mida la absorción en 543 nm. Como guía, use los siguientes haces de luz para las concentraciones indicadas de  $\text{NO}_2^- \text{-N}$  :

Longitud del haz de luz <i>cm</i>	$\text{NO}_2^- \text{-N}$ $\mu\text{g/L}$
1	2-25
5	2-6
10	<2


#### 5. Cálculo

Prepare una curva estándar a través de trazar la absorción de estándares contra la concentración de  $\text{NO}_2^- \text{-N}$ . Calcule la concentración de la muestra directamente desde la curva.

#### 6. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.

Formulario

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Nitrógeno Total</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 12 de 12  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---	---

## 7. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>ANÁLISIS DE NH<sub>3</sub> CON EL MÉTODO FENATO</h1> <h2>SM 4500-NH<sub>3</sub> F</h2>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 31/01/2012  <b>Página</b> : 1 de 3  <b>Aprobado</b> : LB</p>
--	--	---

## 1. Discusión General

a. *Principio:* Un intenso compuesto azul, indofenol, está formado por la reacción de amoníaco, hipoclorito y fenol catalizado por nitroprusiato de sodio.

b. *Interferencias:* Un complejo de magnesio y calcio con citrato elimina interferencias producidas por la precipitación de estos iones a un pH alto. No hay ninguna interferencia de otras formas trivalentes de nitrógeno. Remover la turbidez que interfiera ya sea por destilación o filtración. Si el sulfuro de hidrógeno está presente, remueva acidificando las muestras a pH 3 con ácido Clorhídrico (HCl) diluido y aireando vigorosamente hasta que ya no se pueda detectar el olor de sulfuro.

## 2. Aparato

*Espectrofotómetro UV a longitud de 640 nm con un haz de luz de 1 cm o mayor.*

## 3. Reactivos

a. *Solución de fenol:* Mezclar 11.1 mL de fenol licuado ( $\geq 89\%$ ) con 95% v/v de alcohol etílico para un volumen final de 100mL. Preparar semanalmente. PRECAUCIÓN: utilice guantes y protección ocular al manipular el fenol; utilice una buena ventilación para minimizar cualquier exposición del personal a esta sustancia tóxica volátil.

b. *Nitroprusiato de Sodio, 0.5% w/v:* Disuelva 0.5g de Nitroprusiato de Sodio en 100mL de agua desionizada. Conservar en una botella de color ámbar por un máximo de 1 mes.

c. *Citrato alcalino:* Disolver 200g de citrato trisódico y 10g de hidróxido de sodio en agua desionizada. Diluir hasta 1000mL.

d. *Hipoclorito de sodio,* solución comercial, alrededor del 5%. Esta solución se descompone lentamente una vez que el sello sobre el tapón de la botella sea roto. Reemplazar alrededor de cada 2 meses.


e. *Solución de oxidación:* Mezclar 100mL de solución de citrato alcalino con 25mL de hipoclorito de sodio. Preparar diariamente.

f. *Solución madre de amonio:* Solución Estándar Comercial de NH<sub>4</sub>Cl de concentración conocida de 1000 mg NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/L.

g. *Solución Estándar de Amonio:* partir de la solución madre de amonio, medir con exactitud 12.9 ml y llevarlo a un volumétrico de 100 ml aforando con agua destilada hasta la marca para obtener una solución estándar de NH<sub>3</sub>N cuya concentración será 100 mg NH<sub>3</sub>N/L (Solución Stock o de trabajo). A partir de la misma se preparan los estándares a usar dentro de la curva de calibración.

## 4. Procedimiento

Medir 25-mL de muestra y colocar en un matraz erlenmeyer de 50 mL, añadiendo y mezclando después de cada adición los siguientes reactivos: 1mL de solución de fenol, 1mL de la solución de nitroprusiato de sodio, y 2.5mL de solución de oxidación. Cubrir las muestras con una envoltura de plástico o parafina. Dejar desarrollar el color a una temperatura ambiente de (22 a 27°C) con luz tenue por al menos 1 hora. El color permanece estable por 24 horas. Medir la absorción al 640 nm. Prepare una muestra guía o blanco y por lo menos otros dos estándares diluyendo la solución madre de amoníaco dentro del

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>ANÁLISIS DE NH<sub>3</sub> CON EL MÉTODO FENATO</b></p> <p><b>SM 4500-NH<sub>3</sub> F</b></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 31/01/2012  <b>Página</b> : 2 de 3  <b>Aprobado</b> : LB</p>
--	--	---

rango de la concentración de la muestra. Considere preparar los estándares de igual forma que las muestras.

TABLE 4500-NH<sub>3</sub>: III LOS DATOS DE PRECISIÓN PARA EL MÉTODO MANUAL DE FENATO BASADO EN EL ANÁLISIS TRIPLICADO DE SULFATO DE AMONIO


Lab/ Analista	NH <sub>3</sub> -N Concentración mg/L	Densidad Óptica	Desviación Estándar Relativa %
1/1	0.1	0.129	1.55
1/2	0.1	0.114	9.66
2/1	0.1	0.100	10.2
2/2	0.1	0.122	2.36
3/1	0.1	0.112	3.61
3/2	0.1	0.107	1.94
1/1	0.3	0.393	0.39
1/2	0.3	0.364	0.32
2/1	0.3	0.372	2.64
2/2	0.3	0.339	0.90
3/1	0.3	0.370	0.31
3/2	0.3	0.373	0.46
1/1	0.5	0.637	0.77
1/2	0.5	0.630	0.56
2/1	0.5	0.624	1.65
2/2	0.5	0.618	0.86
3/1	0.5	0.561	0.27
3/2	0.5	0.569	0.91

## 5. Cálculos

Preparar una curva estándar mediante el trazado de lecturas de absorbancia de los estándares contra las concentraciones de amoníaco de los estándares. Calcule la concentración de la muestra mediante la comparación de absorbancia de la muestra con la curva estándar.

## 6. Precisión y Sesgo

Para el método manual fenato, los reactivos de las soluciones de agua de sulfato de amonio fueron preparados y analizados por dos analistas en cada uno de los tres laboratorios. Los resultados se resumen en la tabla de 4500-NH<sub>3</sub>: III.


 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>ANÁLISIS DE NH<sub>3</sub> CON EL MÉTODO FENATO</b></p> <p><b>SM 4500-NH<sub>3</sub> F</b></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 31/01/2012  <b>Página</b> : 3 de 3  <b>Aprobado</b> : LB</p>
--	--	---

## 7. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.

## 8. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>ANÁLISIS DE ANIONES CON CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA (ICS-900)</b> F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 01/02/2012 <b>Página</b> : 1 de 5 <b>Aprobado</b> : YE</p>
--	---	---

## 1. Alcance y aplicaciones.


Este método es apropiado para la determinación de siete aniones tales como: F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, y SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> en aguas superficiales y residuales. La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 4110. Determinación de Aniones por Cromatografía Iónica.

## 2. Materiales y equipo

- a. Cromatografía líquida (ICS-900)
- b. Solución estándar de siete aniones.

## 3. Colecta y preservación de muestras

- a. Colecte la muestra en un envase de polietileno de alta densidad, lavado con agua ultra pura. Probablemente, se afecten los componentes residuales de los iones que se adhieren al recipiente de la muestra, por eso no debe lavarse el recipiente de la muestra con detergente o ácido fuerte. Porque pueden interferir en el análisis dichos iones.
- b. Sí la muestra no se analiza el mismo día de la colecta, se debe filtrar con un filtro de 0.45µm porque existe la posibilidad que cambie la concentración de los iones, debido a las bacteria que existen en la misma.
- c. Mantener la muestra refrigerada a 4°C, evita la proliferación de la población bacteriana más no la elimina.
- d. Sí la muestra contiene ácido nitroso y ácido sulfuroso, se oxidará a ácido nítrico y ácido sulfúrico con el tiempo, por lo tanto no se puede cuantificar los resultados de análisis correcto. Por lo general, si no contiene ácido nitroso y ácido sulfuroso en la muestra, se puede analizar sin cambio de componentes de anión dentro de una semana.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>ANÁLISIS DE ANIONES CON CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA (ICS-900)</b> F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 01/02/2012 <b>Página</b> : 2 de 5 <b>Aprobado</b> : YE</p>
--	---	---

## 4. Operación

### 4.1 Diagrama de Flujo sobre la operación

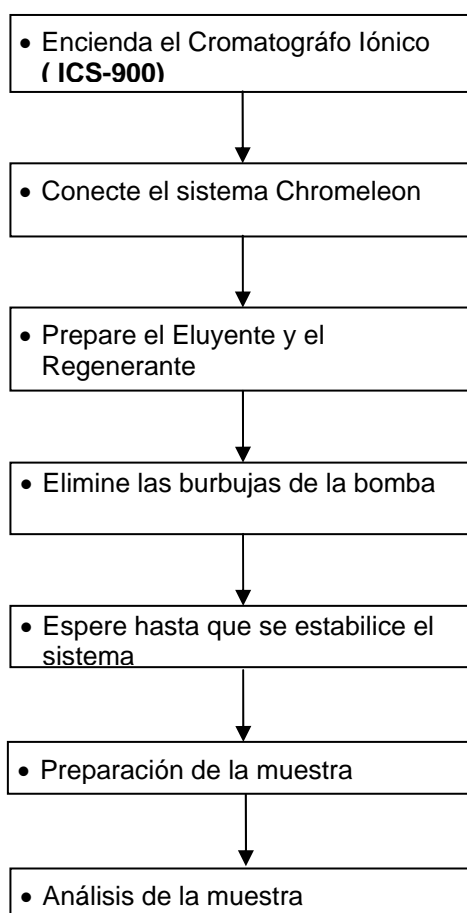



Figura 1 Diagrama de flujo sobre la operación

#### a. Encienda el Cromatógrafo Iónico ( ICS-900)

Cuando encienda el Cromatógrafo Iónico, verifique los siguientes aspectos:

- Que la bomba se encuentre apagada.
- La posición de la válvula de inyección debe estar en "LOAD".
- El detector de celda de conductividad eléctrica está indicando el valor actual de conductividad eléctrica.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>ANÁLISIS DE ANIONES CON CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA (ICS-900)</b> F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 01/02/2012 <b>Página</b> : 3 de 5 <b>Aprobado</b> : YE</p>
--	---	---

**b. Conecta al sistema de Chromeleon**

- Encienda la computadora
- Verifique el arranque del servidor Chromeleon

**c. Preparación de Eluyente y Regenerante (IONPAC AS12)**

- Utilice la solución de Carbonato de sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) 0.5M Concentrado y Bicarbonato de Sodio (NaHCO<sub>3</sub>) 0.5M Concentrado.
- Prepare el Eluyente de la siguiente forma:  
Eluyente: Carbonato de sodio 2.7mM / Bicarbonato de Sodio 0.3mM. Tome 5.4mL de la solución Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.5M más 0.6mL de NaHCO<sub>3</sub> 0.5M y diluya hasta 1,000mL con agua desionizada.
- Prepare el Regenerante de la siguiente forma: Tome 50mL de ácido sulfúrico 2N y diluya hasta 2,000mL con agua desionizada.
- Instale la botella del eluyente y regenerante en el equipo y luego ajuste el volumen de la solución en la pantalla donde dice "Eluent remaining (Restante de eluyente)".

**d. Eliminación de la burbujas**

- Realice la eliminación de las burbujas después de cada mantenimiento o cuando realice el cambio de eluyente.

**e. Estabilidad del sistema**

- Arranque la bomba para correr el eluyente en la columna con flujo adecuado.
- Oprima el botón de AUTO ZERO en la celda de conductividad, para que se estabilice la línea base (registre el valor igual a 0).
- Verifique la presión del sistema.
- Verifique la solución que está corriendo desde línea de descarga de "REGEN OUT" en el supresor.
- Verifique la línea base de la conductividad eléctrica que se presenta en la pantalla. Por lo general el sistema de análisis de anión será menos de 30µS.
- Cuando se estabiliza el sistema verifique la presión de la bomba. Si está variando más de 0.13MPa (20psi) en ciclo corto, se recomienda realizar la manipulación del proceso de "d".

**f. Preparación de la muestra**

- Las muestras de aguas residuales, descargas industriales, aguas subterráneas y demás aguas que contiene sustancias o materiales en suspensión, deben filtrarse con filtro de 0.45 µm.
- Cuando la muestra contiene una alta concentración de sustancias de interferencias se debe diluir con agua ultra pura o eluyente. Y si se utiliza el eluyente para diluir la muestra, también hay que diluir el estándar con eluyente.





**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE ANIONES CON CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA (ICS-900)

F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 01/02/2012  
Página : 4 de 5  
Aprobado : YE

### g. Análisis de la muestra

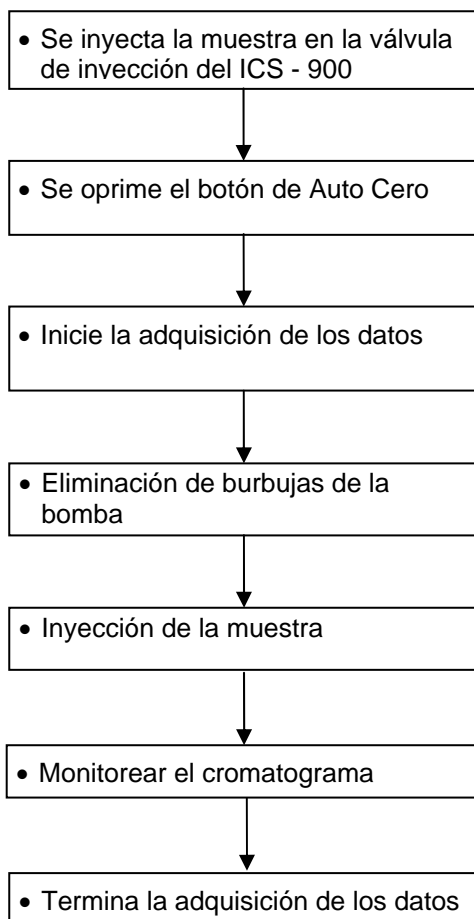



Figura 2 Paso de análisis

- El orden de aparición de los aniones en los cromatogramas son los siguientes :

Tabla N°1

No	Símbolo	
1	F <sup>-</sup>	Fluoruro
2	Cl <sup>-</sup>	Cloruro
3	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Nitrito
4	Br <sup>-</sup>	Bromuro
5	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Nitrato
6	PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	Fosfato
7	SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	Sulfato


 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>ANÁLISIS DE ANIONES CON CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA (ICS-900)</b> F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 01/02/2012 <b>Página</b> : 5 de 5 <b>Aprobado</b> : YE</p>
--	---	---

## 5. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.  
Formulario

## 6. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Fosforo Total</p> <p>Método de Ácido Ascórbico</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 1 de 3  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	---

## 1. Alcance y aplicaciones.

- 1-1. *Principio*: El molibdato de aluminio y tartrato antimónico potásico reaccionan en el medio ácido con el ortofosfato para formar un heteropoliácido - ácido fosfomolibdico – que se reduce a un color intenso de molibdeno azul por el ácido ascórbico.
- 1-2. *Interferencia*: Los arseniatos reaccionan con el reactivo molibdato para producir un color azul similar a aquello formado con fosfato. Concentraciones tan bajas como de 0.1 mg As/L interfieren con la determinación de fosfato. El cromo hexavalente y  $\text{NO}_2^-$  interfieren para dar resultados aproximadamente de 3% menos en las concentraciones de 1 mg/L, y de 10 a 15% menos con 10 mg/L. El sulfuro ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) y silicato no interfieren en concentraciones de 1.0 y 10 mg/L.
- 1-3. *Concentración mínima perceptible*: Aproximadamente 10  $\mu\text{gP/L}$ . Las gamas de P son las siguientes:

Gama de P aproximada mg/L	Haz de luz cm
0.30-2.0	0.5
0.15-1.30	1.0
0.01-0.25	5.0


## 2. Materiales y equipo

*Equipo colorimétrico*: Se requiere uno de los siguientes:

*Espectrofotómetro*, con fototubo infrarrojo para usar en 880 nm, suministrando un haz de luz de 2.5 cm o más largo.

## 3. Reactivos

- 3-1. *Ácido sulfúrico*,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 5N: Diluya 70 mL conc  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a 500 mL con agua destilada.
- 3-2. *Solución de tartrato antimónico potásico*: Disuelva 1.3715 g  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$  –  $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$  en 400 mL de agua destilada e un matraz aforado de 500-mL y se diluye hasta conseguir el volumen. Guarde en una botella con tapón de vidrio.
- 3-3. *Solución de molibdato de amonio*: Disuelva 20 g  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en 500 mL de agua destilada. Guarde en una botella con tapón de vidrio.


 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Fosforo Total</p> <p>Método de Ácido Ascórbico</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 2 de 3  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	---

- 3-4. *Ácido ascórbico, 0.1M*: Disuelva 1.76 g de ácido ascórbico en 100 mL de agua destilada. La solución es estable para aproximadamente 1 semana a 4°C.
- 3-5. *Reactivo combinado*: Mezcle los reactivos anteriores en las proporciones siguientes para formar 100 mL del reactivo combinado: 50 mL 5N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 5 mL solución de tartrato antimónico potásico, 15 mL solución de molibdato de amonio, y 30 mL solución de ácido ascórbico. *Mezcle después de agregar cada reactivo*. Deje llegar hasta la temperatura ambiente todos los reactivos antes de mezclarlos y se mezcla en el orden mencionado. Si se forma turbiedad en el reactivo combinado, sacuda y deje reposar por algunos minutos hasta que desaparezca la turbiedad antes de proceder. El reactivo es estable por 4 h.
- 3-6. *Solución madre de fosfato*: Véase la Sección 4500-P.C.3e.
- 3-7. *Solución estándar de fosfato*: Se diluye 50.0 mL de la solución madre de fosfato hasta 1000 mL con agua destilada; 1.00 mL = 2.50 µgP.

#### 4. Procedimiento

*Pre-tratamiento*: Realice pre-tratamiento por utilizando método persulfato. Este método persulfato está mencionando en el procedimiento de Nitrógeno Total.

- 4-1. *Tratamiento de la muestra*: Pase con pipeta 50.0 mL de la muestra a un tubo de ensayo seco y limpio o un erlenmeyer de 125-mL. Agregue 0.05 mL (una gota) de indicador de fenoltaleína. Si se desarrolla un color rojo, agregue la solución de 5N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por gotas para eliminar el color. Agregue 8.0 mL del reactivo combinado y mezcle completamente. Después de por lo menos 10 min, pero no más de 30 min, mida la absorción de cada muestra en 880 nm, usando el reactivo blanco como solución de referencia.
- 4-2. *Corrección por turbiedad o interferencia de color*: El color natural del agua generalmente no interfiere con la onda de alta longitud usada. Para aguas turbidas o altamente coloridas, prepare un blanco a través de agregar todos los reactivos menos el ácido ascórbico y el tartrato antimónico potásico a la muestra. Sustraiga la absorción del blanco de la absorción de cada muestra.
- 4-3. *Preparación de la curva de calibración*: Prepare las curvas de calibración individuales desde una serie de seis estándares dentro de la gama de fosfato indicada en ¶ 1c anterior. Use un blanco de agua destilada con los reactivos combinados para hacer lecturas fotométricas para la curva de calibración. Trace la absorción contra la concentración de fosfato para formar una línea recta pasando por el origen. Ensaye por lo menos un estándar de fosfato con cada juego de muestras.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Fosforo Total</p> <p>Método de Ácido Ascórbico</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 3 de 3  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	---

**5. Cálculo.**

$$\text{mg P/L} = \frac{\text{mg P (en volumen final de aproximadamente 50 mL)} \times 1000}{\text{mL sample}}$$


**6. Registros asociados**

Formulario para reportar resultados.

Formulario

**7. Control de cambio**

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación indirecta de cianuro utilizando reacción de hipoclorito de sodio por cromatografía iónica con detector de conductividad</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 03/02/2012  <b>Página</b> : 1 de 3  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	---

## 1. Equipos

La Cromatografía se realiza en un sistema Dionex ICS-900 Cromatógrafo Iónico que está equipado con un detector de conductividad. El tamaño del bucle de la muestra es de 10 µL y se utiliza una columna de separación (Dionex AS12A) con una columna de protección (Dionex AG12A) y un supresor de fibra (MMS 300). El eluyente es una solución 2.7mM de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y 0.3mM de NaHCO<sub>3</sub>. La tasa de flujo de eluyente es 1.5mL/min. El regenerante de supresor es H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.025 N.

## 2. Reactivo

Todos los productos químicos utilizados fueron de la más alta calidad disponible en el mercado. La solución patrón de cianuro fue preparada a partir de solución madre de cianuro de potasio cuya concentración es de 1000 mg de CN<sup>-1</sup>/L que fue estandarizado por titulación de argentométrica.


## 3. Procedimiento

### Preparación de las soluciones estándares de cianuro:

Tome 10 mL de la Solución Patrón y diluya a 1 L para obtener una solución de 100 µg CN<sup>-1</sup>/mL. Diluya con la solución diluida de NaOH.

### Preparación de Curva de Calibración

En un frasco volumétrico de 50 mL, colocar una serie de soluciones estándares de cianuro que contienen 25, 50, 100, 200 y 300 µg de CN<sup>-1</sup> (100 µg/mL, 10<sup>-2</sup>N NaOH) y 4.5 mL de solución de Hidróxido de sodio (10<sup>-1</sup> N) y diluir hasta 50ml con agua. Añadir 50 µL de solución de Hipoclorito de Sodio al 5% y mezclar

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación indirecta de cianuro utilizando reacción de hipoclorito de sodio por cromatografía iónica con detector de conductividad</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 03/02/2012  <b>Página</b> : 2 de 3  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	--	---

completamente. Mantenga la mezcla a una temperatura constante entre 20°C y 80°C por 10 minutos. El frasco se enfría en baño de agua y luego se inyecta en el Cromatógrafo Iónico.

Preparación de muestra

Tomar 45 ml de la muestra en un frasco volumétrico de 50 mL como volumen máximo y 4.5 mL de solución de Hidróxido de sodio ( $10^{-1}$  N) y diluir hasta 50ml con agua. Añadir 50 µL de solución de Hipoclorito de Sodio al 5% y mezclar completamente. Mantenga la mezcla a una temperatura constante entre 20°C y 80°C por 10 minutos. El frasco se enfría en baño de agua y luego se inyecta en el Cromatógrafo Iónico.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## PROCEDIMIENTO

Determinación indirecta de cianuro  
utilizando reacción de hipoclorito de sodio  
por cromatografía iónica con detector de  
conductividad

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 03/02/2012  
Página : 3 de 3  
Aprobado : OP

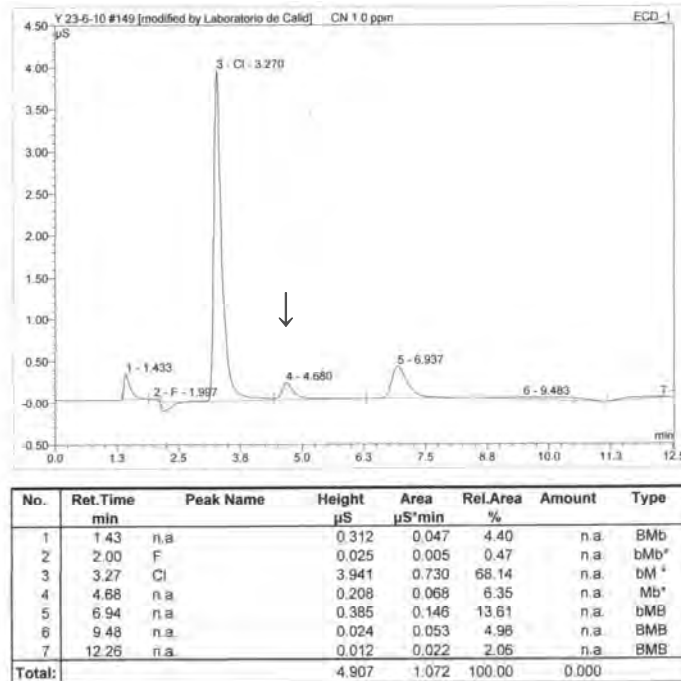


Figura 1. La reacción de CN (1 ppm) con hipoclorito de sodio

#### 4. Registros asociados


a) Elabore una tabla de resultados con la siguiente información:

Muestra	(CNO <sup>1-</sup> + CN <sup>1-</sup> )	CNO <sup>1-</sup>	CN <sup>1-</sup>
#...			

#### 5. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</p>	<p><b>Código</b> : P-025 <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 26/01/10 <b>Página</b> : 1 de 10 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	--

## 1. Alcance y aplicaciones.

La presencia y grado de contaminación fecal es un factor importante en la determinación de la calidad de un cuerpo de agua y la carga contaminante de las aguas residuales. El análisis de muestras de agua para determinar la presencia de microorganismos del grupo coliforme que habitan normalmente en el intestino humano y de otros animales de sangre caliente, da una indicación del grado de contaminación por descargas domésticas. Dada la limitada capacidad de algunos miembros del grupo de organismos coliformes para sobrevivir en agua, éstos son empleados como indicador para estimar el grado de contaminación fecal.

Las bacterias coliformes son aquellas bacterias de morfología bacilar, Gram (-), aerobias o anaerobias facultativas, oxidasa negativas, no esporuladas, que fermentan la lactosa con producción de ácido y gas a  $35 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$  en un tiempo de 24-48 horas. Las bacterias coliformes fecales (termotolerantes) son organismos coliformes que tienen las mismas propiedades fermentativas a  $44 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ .

El método consiste en la determinación del número de coliformes mediante siembra de distintos volúmenes del agua a analizar en series de tubos conteniendo medio de cultivo líquido lactosado y resiembra en medios de cultivo selectivos con incubación a temperaturas adecuadas, ya sea  $35 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$  en un tiempo de 24-48 horas para la detección de organismos coliformes y a  $44^{\circ}\text{C}$  para coliformes fecales (termotolerantes).


Mediante tablas estadísticas se lleva a cabo el cálculo del número más probable (NMP) de organismos coliformes y organismos coliformes fecales (termotolerantes) que pueda estar presente en 100 mL de muestra, a partir de los números de los tubos que dan resultados confirmativos positivos.

Este método es aplicable para todo tipo de agua -aguas superficiales y aguas residuales-, incluyendo aquellas que contienen una cantidad apreciable de materia en suspensión.

La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 9221 B, E.

## 2. Materiales y equipo

2.1. Botellas de vidrio, use botellas de vidrio esterilizable, preferiblemente con tapa de vidrio esmerilado. Pueden usarse botellas de plástico no tóxico que puedan esterilizarse. Cubra las tapas y cuellos de las botellas con papel de aluminio antes de esterilizarlas.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</h3>	<p><b>Código</b> : P-025  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 2 de 10  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

- 2.2. Botellas para agua de dilución, preferiblemente de borosilicato y tapa de vidrio o rosca cuyo revestimiento no produzca sustancias tóxicas al ser esterilizada. Pueden sustituirse por botellas de plástico no tóxico esterilizables.
- 2.3. Pipetas y probetas; antes de esterilizar, cubra las probetas con papel de aluminio. Después de esterilizar mantenga la cubierta para prevenir la contaminación.
- 2.4. Tubos de 18 x 150 mm con campana Durham
- 2.5. Gradillas para tubos de 18 x 150 y de 13 x 100 mm.
- 2.6. Platos petri estériles de 100 x 15 mm
- 2.7. Asas o agujas de inoculación
- 2.8. Agitador de tubos Vortex.
- 2.9. Incubadora: Temperatura de 35°C ± 0.5 °C y humedad relativa de 60%.
- 2.10. Incubadora: Temperatura de 44°C ± 0.5 °C y humedad relativa de 60%

### 3. Reactivos

Use medios deshidratados disponibles comercialmente. Siga las instrucciones del fabricante del medio para rehidratarlos. Guarde los envases de medio abiertos en un desecador. También puede usarse medio en forma líquida, disponible comercialmente en ampollas estériles u otra presentación. Verifique el pH de los medios y soluciones según el método 4500-H+ del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition.

#### 3.1. Caldo lauril triptosa (CLT)


Rehidrate según las indicaciones del fabricante. Distribuir el medio en los tubos de fermentación con vial invertido (Durham), cubriendo por lo menos la mitad o dos tercios (aproximadamente 5 mL) o hasta que se cubra el tubo Durham. Tape con tapas resistentes al calor. Colocar en autoclave a 121°C durante 15 min. El pH debe ser 6.8 ± 0.2 después de la esterilización.

#### 3.2. Caldo bilis lactosa verde brillante (CBLVB) al 2%

Rehidrate según las indicaciones del fabricante. Distribuir volúmenes de 5 mL en tubos de fermentación con vial invertidos (Durham) hasta que se cubra el tubo Durham y colocar en autoclave a 121°C durante 15 min. Cada tubo o matraz debe contener un tubo de fermentación invertido (Durham). Colocar en autoclave a 121°C durante 15 min. El pH debe ser 7.2 ± 0.2 después de la esterilización.

#### 3.3. Medio EC

Rehidrate según las indicaciones del fabricante. Distribuir el medio en los tubos de fermentación con vial invertido (Durham), cubriendo por lo menos la mitad o dos tercios

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</p>	<p><b>Código</b> : P-025 <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 26/01/10 <b>Página</b> : 3 de 10 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	--

(aproximadamente 5 mL) o hasta que se cubra el tubo Durham. Tape con tapas resistentes al calor. Colocar en autoclave a 121°C durante 15 min. El pH debe ser  $6.9 \pm 0.2$  después de la esterilización.

#### 3.4. Caldo A-1

Rehidrate según las indicaciones del fabricante. Distribuir el medio en los tubos de fermentación con vial invertido (Durham), cubriendo por lo menos la mitad o dos tercios (aproximadamente 5 mL) o hasta que se cubra el tubo Durham. Tape con tapas resistentes al calor. Colocar en autoclave a 121°C durante 15 min. El pH debe ser  $6.9 \pm 0.1$  después de la esterilización. Puede almacenarse por un máximo de 7 días.

#### 3.5. Agar LES Endo

Rehidrate en 1 L de agua que contenga 20 mL de etanol al 95%. Caliente hasta disolver el agar y luego deje enfriar a 45-50 °C. No esterilice autoclavando. El pH final debe ser  $7.2 \pm 0.2$ . Dispense en platos petri estériles.

#### 3.6. Agar MacConkey

Rehidrate según las indicaciones del fabricante. Esterilice por 15 minutos a 121°C. Luego de esterilizar, deje enfriar a temperatura ambiente y dispense en los platos petri. El pH debe ser  $7.1 \pm 0.2$  después de la esterilización.

#### 3.7. Agar nutritivo

Rehidrate según las indicaciones del fabricante. Dispense en tubos con tapa de rosca y esterilice por 15 min a 121°C. El pH debe ser  $6.8 \pm 0.2$  después de la esterilización. Apenas termina de esterilizar, coloque los tubos en posición inclinada de tal manera que el agar se solidifique con una superficie inclinada. Almacene en un área fresca.

#### 3.8. Reactivos para coloración Gram

##### a. Oxalato de amonio-cristales violeta


Disolver 2 g de cristales violeta de contenido 90% de tinte en 20 mL de etanol al 95%; disuelva 0.8 g de  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  en 80 mL de agua destilada. Mezcle las dos soluciones y guarde por 24 horas antes de usar. Pase por un filtro y ponga en una botella de coloración.

##### b. Lugol

Pulverice 1 g de cristales de yodo y 2 g de KI. Añada de agua destilada, poco a poco, y continúe moliendo después de cada adición de agua hasta que se disuelva bien. Añada agua hasta completar 300 mL y guarde en una botella oscura.

##### c. Tinte de safranin

Disuelva 2.5 g de tinte de safranin en 100 mL de etanol al 95%. Añada 10 mL de la solución en 100 mL de agua destilada.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</h3>	<p><b>Código</b> : P-025  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 4 de 10  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

d. Acetona alcoholada

Mezcle parte iguales de etanol al 95% con acetona.

3.9. Agua de dilución

a. Solución madre de agua tamponada.


Disuelva 34.0 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  en 500 mL de agua destilada, ajuste el pH a  $7.2 \pm 0.5$  con 1N NaOH y diluya a 1 L con agua destilada. Deseche las soluciones tamponadas turbias. A 1 L de agua destilada, añada 1.25 mL de la solución madre tamponada y 5.0 mL de solución de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (81.1 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{L}$ ). Vierta en porciones de  $99 \pm 2.0$  mL ó  $9 \pm 0.2$  mL en las botellas de agua de dilución y en los tubos, respectivamente y ponga en el autoclave por 15 minutos.

b. Agua de peptona

Prepare una solución de peptona al 10% en agua destilada. Diluya a 0.1% y ajuste el pH a 6.8. Vierta en porciones de  $99 \pm 2.0$  mL ó  $9 \pm 0.2$  mL en las botellas de agua de dilución y en los tubos, respectivamente y ponga en el autoclave por 15 minutos.

4. Toma y preservación de muestras

- 4.1. Colecte las muestras en botellas previamente lavadas, con un enjuague final de agua destilada o desionizada, y esterilizadas. Ver punto 2.1.
- 4.2. Para muestras con cloro residual, añada  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  a la botella de muestreo para dar una concentración de 100 mg/L (aproximadamente 1,0 mL de 10%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  para una botella de 250 mL). Tape la botella y esterilice en el autoclave. También pueden usarse bolsas plásticas pre esterilizadas con cápsulas de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  disponibles comercialmente.
- 4.3. Cuando colecte la muestra deje espacio, unos 2.5 cm, para poder agitar antes del ensayo.
- 4.4. Procure usar técnicas de asepsia para evitar contaminación de la muestra. Mantenga la botella tapada y cerrada hasta que se vaya a llenar. No toque el interior de la botella con sus dedos. Apenas colecte la muestra, tape inmediatamente.
- 4.5. Para muestras de aguas superficiales, colecte muestras simples usando el método directo (ver **M-003 Manual de muestreo**).
- 4.6. Para muestras de aguas residuales, colecte según el Manual de muestreo y la normativa vigente.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</p>	<p><b>Código</b> : P-025 <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 26/01/10 <b>Página</b> : 5 de 10 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	--

4.7. Las muestras deben transportarse a <10 °C y analizarse lo más pronto posible. Para aguas superficiales, el tiempo máximo hasta el momento de análisis es 24 horas. Para muestras de aguas residuales, el tiempo máximo es de 6 horas.

## 5. Procedimiento


### Prueba presuntiva

El caldo lauril triptosa es el medio recomendado para la prueba presuntiva.

- 5.1. Mezclar perfectamente la muestra agitándola vigorosamente para lograr una distribución uniforme de los microorganismos.
- 5.2. Utilizar series que constan de por lo menos tres diluciones, desde 10-1 a 10-6, según el origen de la muestra y el contenido bacteriano esperado. Con una pipeta estéril tomar una alícuota de 1 mL de la muestra original y llevarlo a uno de los tubos conteniendo 9 mL de agua de dilución estéril, obteniendo de esta manera una dilución de 10-1. Repetir este paso con una alícuota de la dilución 10-1 y proceder de la misma manera hasta obtener una dilución de 10-3 o hasta donde sea necesario. Por cada dilución debe haber 5 tubos con caldo.
- 5.3. Incubar todos los tubos a una temperatura de 35±0.5 °C durante 24-48 horas.
- 5.4. Examinar los cultivos de los tubos después de un período de incubación de 24 ± 2 h y considerar como resultados positivos a aquellos que muestren turbidez debido al crecimiento bacteriano y formación de gas en los tubos internos invertidos (Durham) junto con producción de ácido, si el medio de aislamiento contiene un indicador de pH. Reincubar aquellos tubos que no muestran alguno o todos estos cambios y examinarlos nuevamente para detectar reacciones positivas a las 48 horas.
- 5.5. Después de 48 horas (±3h) a partir de la inoculación, se hace la lectura final. Si pasadas 48 h tampoco se aprecia crecimiento ni producción de gas, los tubos se toman como negativos.
- 5.6. Si el total de tubos son negativos, el ensayo se da por terminado, reportando la ausencia de coliformes totales y fecales en la muestra analizada. Todos aquellos tubos que den positivo para prueba presuntiva se verificarán realizando la prueba confirmativa para coliformes totales y fecales.

### Prueba confirmativa (coliformes totales y fecales)


El caldo bilis lactosa verde brillante (CLBVB) es el medio recomendado para la prueba confirmativa para coliformes totales y el caldo EC es el medio recomendado para la prueba confirmativa para coliformes fecales.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</p>	<p><b>Código</b> : P-025  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 6 de 10  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	--

- 5.7. Para coliformes totales, a partir de cada uno de los tubos que han resultado positivos en la prueba presuntiva, agitándolos para homogenizar, transfiera el cultivo de la prueba presuntiva usando una aguja de inoculación estéril inoculando los tubos conteniendo caldo CLBVB . Incubar durante  $48 \pm 3$  h a  $35 \pm 0.5$  °C y después de este período, observar presencia de turbidez y gas.
- 5.8. Para coliformes fecales, a partir de cada uno de los tubos que han resultado positivos en la prueba presuntiva, agitándolos para homogenizar, transfiera el cultivo de la prueba presuntiva usando una aguja de inoculación estéril inoculando los tubos conteniendo caldo E.C. Incubar durante 24 horas a  $44.5 \pm 0.2$  °C. y después de este período, observar presencia de turbidez y gas.
- 5.9. La presencia de gas en cualquier cantidad es una prueba positiva. Si se observa turbidez y producción de gas, la prueba se considera positiva, registrando el número de tubos positivos para posteriormente hacer el cálculo del NMP. Si en ninguno de los tubos se observa producción de gas, aun cuando se observe turbidez, se consideran negativos, estableciéndose el 0 para el cálculo del NMP. Si todos los tubos dan negativo o todos dan positivo, considere repetir el análisis a partir de grados de dilución menores o mayores.
- Prueba directa para coliformes fecales. El medio para la prueba directa para coliformes fecales es el caldo A-1. Al usar el caldo A-1, no es necesario pasar por la fase presuntiva.
- 5.10. Inocule siguiendo los pasos 5.1 y 5.2.
- 5.11. Incube por 3 horas a  $35 \pm 0.5$  °C. Después de las 3 horas, incube por  $21 \pm 2$  h a  $44.5 \pm 0.5$  °C.
- 5.12. La presencia de gas dentro de 24 horas o menos se considera positiva para coliformes fecales.

## 6. Controles

- 6.1. Medios. Para cada lote de medio nuevo, verificar su desempeño comparándolo con el medio usado anteriormente y considerado aceptable. Antes de usar, evalúe el desempeño del lote contra controles positivos y negativos.
- 6.2. Control del agua de enjuague y contaminación cruzada. Por cada serie de 10 muestras, incluya una muestra de agua de dilución. Incube el control bajo las mismas condiciones que las muestras.
- 6.3. Prueba complementaria. Realice la prueba complementaria a por lo menos 10% de los tubos positivos de la prueba confirmativa.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</p>	<p><b>Código</b> : P-025 <b>Revisión</b> : 2 <b>Vigencia</b> : 26/01/10 <b>Página</b> : 7 de 10 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	--

- a. Transfiera el cultivo de los tubos positivos de la prueba confirmativa en agar LES Endo o MacConkey, lo más pronto posible después de ver la producción de gas.
- b. Incube los platos a  $35 \pm 0,5$  °C por  $24 \pm 2$  h.
- c. Después de incubar, escoja una o más colonias típicas y transfíralas a un tubo de fermentación con CLT y a un plato con agar nutritivo.
- d. Incube los tubos secundarios a  $35 \pm 0,5$  °C por  $24 \pm 2$  h; si no hay presencia de gas, incube por  $48 \pm 3$  h. Examine las preparaciones con coloración Gram bajo el microscopio con los cultivos de agar nutritivo a las 24 h correspondientes a los tubos secundarios con producción de gas.
- e. Técnica de coloración Gram. Prepare emulsiones ligeras por separado de los cultivos y controles positivos y negativos en la misma placa usando gotas de agua destilada en la placa. Deje secar y selle pasando la placa por una llama y tiña por 1 minuto con la solución de oxalato de amonio-cristal de violeta. Enjuague la placa con agua de la pluma y escurra el exceso de agua; aplique solución de Lugol por 1 minuto. Enjuague la placa teñida en agua de la pluma. Decolore por 15 a 30 segundos con acetona alcoholada. Pase safranina por 15 segundos y enjuague, deje secar y observe bajo el microscopio.
- f. La formación de gas en el tubo secundario dentro de  $48 \pm 3$  h y el crecimiento de bacterias, gram negativas, no esporuladas en el cultivo de agar constituye una prueba positiva para la prueba complementaria, confirmando la presencia de un miembro del grupo coliforme.


## 7. Cálculos

A partir de las combinaciones de tubos positivos y negativos, se calcula el número más probable (NMP) de coliformes y coliformes fecales en 100 mL de la muestra por referencia a las tablas estadísticas (ver tabla 1).

En caso que las diluciones sean diferentes a la de la tabla, seleccione el valor del NMP de la tabla 1 para la combinación de resultados positivos y calcule según la siguiente fórmula:

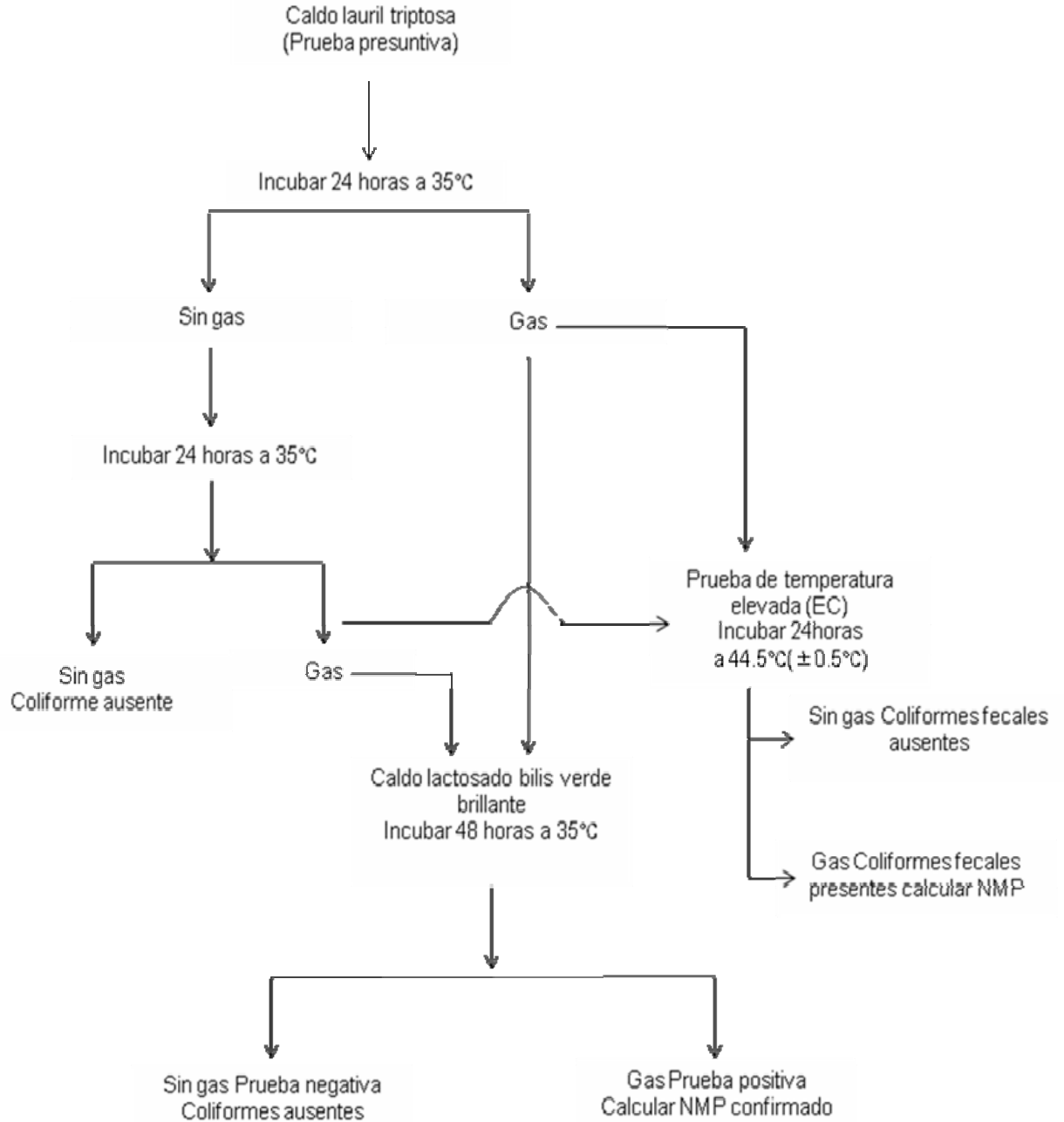
$$\text{NMP}/100 \text{ mL} = (\text{NMP de la tabla}/100 \text{ mL}) \times 10/V$$

Donde V = volumen de la porción de la muestra con la dilución más baja.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</h3>	<p><b>Código</b> : P-025  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 8 de 10  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

## 8. Anexos

Figura 1. Diagrama esquemático para determinación de coliformes totales y fecales







 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</h3>	<p><b>Código</b> : P-025  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 9 de 10  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

Tabla 1. Índice de NMP y límites de confianza del 95% para varias combinaciones de resultados positivos cuando se usan cinco tubos por dilución (10 mL, 1,0 mL, 0,1 mL)

Combination of Positives	MPN Index/ 100 mL	Confidence Limits		Combination of Positives	MPN Index/ 100 mL	Confidence Limits	
		Low	High			Low	High
0-0-0	<1.8	—	6.8	4-0-3	25	9.8	70
0-0-1	1.8	0.090	6.8	4-1-0	17	6.0	40
0-1-0	1.8	0.090	6.9	4-1-1	21	6.8	42
0-1-1	3.6	0.70	10	4-1-2	26	9.8	70
0-2-0	3.7	0.70	10	4-1-3	31	10	70
0-2-1	5.5	1.8	15	4-2-0	22	6.8	50
0-3-0	5.6	1.8	15	4-2-1	26	9.8	70
1-0-0	2.0	0.10	10	4-2-2	32	10	70
1-0-1	4.0	0.70	10	4-2-3	38	14	100
1-0-2	6.0	1.8	15	4-3-0	27	9.9	70
1-1-0	4.0	0.71	12	4-3-1	33	10	70
1-1-1	6.1	1.8	15	4-3-2	39	14	100
1-1-2	8.1	3.4	22	4-4-0	34	14	100
1-2-0	6.1	1.8	15	4-4-1	40	14	100
1-2-1	8.2	3.4	22	4-4-2	47	15	120
1-3-0	8.3	3.4	22	4-5-0	41	14	100
1-3-1	10	3.5	22	4-5-1	48	15	120
1-4-0	10	3.5	22	5-0-0	23	6.8	70
2-0-0	4.5	0.79	15	5-0-1	31	10	70
2-0-1	6.8	1.8	15	5-0-2	43	14	100
2-0-2	9.1	3.4	22	5-0-3	58	22	150
2-1-0	6.8	1.8	17	5-1-0	33	10	100
2-1-1	9.2	3.4	22	5-1-1	46	14	120
2-1-2	12	4.1	26	5-1-2	63	22	150
2-2-0	9.3	3.4	22	5-1-3	84	34	220
2-2-1	12	4.1	26	5-2-0	49	15	150
2-2-2	14	5.9	36	5-2-1	70	22	170
2-3-0	12	4.1	26	5-2-2	94	34	230
2-3-1	14	5.9	36	5-2-3	120	36	250
2-4-0	15	5.9	36	5-2-4	150	58	400
3-0-0	7.8	2.1	22	5-3-0	79	22	220
3-0-1	11	3.5	23	5-3-1	110	34	250
3-0-2	13	5.6	35	5-3-2	140	52	400
3-1-0	11	3.5	26	5-3-3	170	70	400
3-1-1	14	5.6	36	5-3-4	210	70	400
3-1-2	17	6.0	36	5-4-0	130	36	400
3-2-0	14	5.7	36	5-4-1	170	58	400
3-2-1	17	6.8	40	5-4-2	220	70	440
3-2-2	20	6.8	40	5-4-3	280	100	710
3-3-0	17	6.8	40	5-4-4	350	100	710
3-3-1	21	6.8	40	5-4-5	430	150	1100
3-3-2	24	9.8	70	5-5-0	240	70	710
3-4-0	21	6.8	40	5-5-1	350	100	1100
3-4-1	24	9.8	70	5-5-2	540	150	1700
3-5-0	25	9.8	70	5-5-3	920	220	2600
4-0-0	13	4.1	35	5-5-4	1600	400	4600
4-0-1	17	5.9	36	5-5-5	>1600	700	—
4-0-2	21	6.8	40				

\* Results to two significant figures.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales y fecales – Técnica de tubos múltiples de fermentación</p>	<p><b>Código</b> : P-025  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 10 de 10  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

Fuente: Tomado de Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 2005, APHA, AWWA, WEF.

## 9. Registros

Formato de eliminación de muestras

Registro de control de ciclos de esterilización


Formato registro medios de cultivo y caldos en refrigeración

F-041 Hoja de trabajo: Análisis por tubos múltiples

F-044 Control de temperatura de incubadoras (a 35 °C y 44 °C)

## 10. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.
2	Incorporación de registros e identificación de formatos.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-035  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 1 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

## 1. Alcance y aplicaciones.


El método de filtración por membrana es aplicable a muestras de volumen relativamente alto. Esta técnica es aplicable a una gran variedad de aguas naturales, pero tiene limitaciones para aguas con alta turbidez o con un alto número de bacterias no coliformes. No es aplicable a aguas residuales si sólo han recibido tratamiento primario seguido de clorinación debido a la alta turbidez o la presencia de metales o compuestos orgánicos tóxicos.

Con relación a la técnica de filtración por membrana, el grupo de bacterias coliformes totales comprende las bacterias Gram-negativas anaerobias facultativas, no esporuladas, que desarrollan colonias rojizas con un brillo metálico a las 24 horas a 35°C en un medio tipo Endo que contenga lactosa.

La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 9222 B.

## 2. Materiales y equipo

- 2.1. Botellas de vidrio, use botellas de vidrio esterilizable, preferiblemente con tapa de vidrio esmerilado. Pueden usarse botellas de plástico no tóxico que puedan esterilizarse. Cubra las tapas y cuellos de las botellas con papel de aluminio antes de esterilizarlas.
- 2.2. Botellas para agua de dilución, preferiblemente de borosilicato y tapa de vidrio o rosca cuyo revestimiento no produzca sustancias tóxicas al ser esterilizada. Pueden sustituirse por botellas de plástico no tóxico esterilizables.
- 2.3. Pipetas y probetas; antes de esterilizar, cubra las probetas con papel de aluminio. Después de esterilizar mantenga la cubierta para prevenir la contaminación.
- 2.4. Recipientes para los medios de cultivo de vidrio de borosilicato.
- 2.5. Platos de cultivo, estériles de vidrio de borosilicato o platos petri desechables pre esterilizados.
- 2.6. Sistema de filtración. El sistema consiste de un embudo sujetado a una base mediante magneto o con sujetadores. Los embudos y bases deben ser autoclavables. El sistema de filtración debe envolverse en papel aluminio y esterilizarse en un autoclave y guardarse hasta su uso. Use radiación UV para esterilizar inmediatamente antes de usar y entre muestras.
- 2.7. Filtros de membrana. Porosidad de 0.45 micrones, pre esterilizados, certificados por el fabricante. Almacene por un máximo de un año.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-035  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 2 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

- 2.8. Almohadillas absorbentes. Las almohadillas deben poder absorber 1.8 a 2.2 mL de medio, aproximadamente 47-48 mm de diámetro. Pre esterilizadas y certificadas por el fabricante.
- 2.9. Pinzas. Se esterilizan antes de usar humedeciendo en alcohol etílico al 95% o alcohol metílico absoluto y flameando.
- 2.10. Incubadora: Temperatura de  $35^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$  y humedad relativa de 60%.
- 2.11. Microscopio y fuente de luz. Magnificación de 10 a 15 diámetros y una fuente de luz fluorescente blanca. No se debe usar luz incandescente.
- 2.12. Contador de colonias.

### 3. Reactivos


Use medios deshidratados disponibles comercialmente. Siga las instrucciones del fabricante del medio para rehidratarlos. Guarde los envases de medio abiertos en un desecador. También puede usarse medio en forma líquida, disponible comercialmente en ampollas estériles u otra presentación. Verifique el pH de los medios y soluciones según el método 4500-H+ del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition.

#### 3.1. Caldo Endo

Rehidrate según las indicaciones del fabricante y vierta 2.0 mL del medio líquido en los platos petri con almohadilla absorbente. Refrigere el caldo por un máximo de 4 días.

#### 3.2. Agua de dilución

- a. Solución madre de agua tamponada. Disuelva 34.0 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  en 500 mL de agua destilada, ajuste el pH a  $7.2 \pm 0.5$  con 1N NaOH y diluya a 1 L con agua destilada. Deseche las soluciones tamponadas turbias. A 1 L de agua destilada, añada 1.25 mL de la solución madre tamponada y 5,0 mL de solución de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (81.1 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{L}$ ). Vierta porciones de  $99 \pm 2.0$  mL ó  $9 \pm 0.2$  mL en las botellas de agua de dilución y ponga en el autoclave por 15 minutos.
- b. Agua de peptona. Prepare una solución de peptona al 10% en agua destilada. Diluya a 0.1% y ajuste el pH a 6.8. Vierta porciones de  $99 \pm 2.0$  mL ó  $9 \pm 0.2$  mL en las botellas de agua de dilución y ponga en el autoclave por 15 minutos.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-035  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 3 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

#### 4. Toma y preservación de muestras

- 4.1. Colecte las muestras en botellas previamente lavadas, con un enjuague final de agua destilada o desionizada, y esterilizadas. Ver punto 2.1.
- 4.2. Para muestras con cloro residual, añada  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  a la botella de muestreo para dar una concentración de 100 mg/L (aproximadamente 1,0 mL de 10%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  para una botella de 250 mL). Tape la botella y esterilice en el autoclave. También pueden usarse bolsas con pastillas de tiosulfato de 4 oz. Disponibles comercialmente.
- 4.3. Cuando colecte la muestra deje espacio, unos 2.5 cm, para poder agitar antes del ensayo.
- 4.4. Procure usar técnicas de asepsia para evitar contaminación de la muestra. Mantenga la botella tapada y cerrada hasta que se vaya a llenar. No toque el interior de la botella con sus dedos. Apenas colecte la muestra, tape inmediatamente.
- 4.5. Para muestras de aguas superficiales, colecte muestras simples usando el método directo (ver **M-003 Manual de muestreo**).
- 4.6. Para muestras de aguas residuales, colecte según la Norma COPANIT 35-2000 ó la normativa vigente.
- 4.7. Las muestras deben transportarse a  $<10^\circ\text{C}$  y analizarse lo más pronto posible. El tiempo máximo hasta el momento de análisis es 24 horas. Para muestras de fiscalización, el tiempo máximo es de 6 horas.


#### 5. Procedimiento

##### 5.1. Volumen de muestra.

El volumen ideal de muestra presenta de 20 a 80 colonias de coliformes y no más de 200 colonias de otro tipo en la superficie de la membrana. Los volúmenes de muestra sugeridos son 10-100 mL para lagos y pozos, 0.1-10 mL para aguas marinas, 0.001-1.0 mL para aguas de ríos y 0.0001-0.1 mL para aguas residuales. Filtre tres volúmenes diferentes de la muestra dependiendo de la densidad de bacterias esperada. Cuando se filtren menos de 10 mL de muestra, añada al embudo aproximadamente 10 mL de agua de dilución estéril antes de dispensar el volumen de muestra o dispense el volumen de muestra a una botella de agua de dilución y luego filtre la solución completa.

##### 5.2. Filtración.

- a. Coloque el filtro sobre la base con las pinzas estériles, con el tramado boca arriba.
- b. Coloque el embudo sobre la base y sujétela.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-035  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 4 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

c. Filtre la muestra con vacío parcial. Con el vacío andando, enjuague el embudo con tres porciones de agua de dilución de 20 a 30 mL para prevenir contaminación por arrastre.

d. Una vez terminada la filtración, coloque el filtro en el plato petri con el medio usando las pinzas estériles. Procure que no queden burbujas de aire entre el filtro y la almohadilla.

e. Incube el plato boca abajo por 22-24 horas, máximo 24 hrs., a 35°C ± 0.5 °C.

### 5.3. Conteo de colonias.

La colonia típica presenta color rosado a rojo oscuro con una superficie metálica brillante. La colonia atípica puede ser rojiza mucoide, con núcleo y sin brillo. Cuente tanto las colonias típicas como atípicas. Generalmente, las colonias rosadas, azules, blancas o sin color y sin brillo no se consideran coliformes.

## 6. Controles

### 6.1. Medio.

Para cada lote de medio nuevo, verificar su desempeño comparándolo con el medio usado anteriormente y considerado aceptable. Antes de usar, evalúe el desempeño del lote contra controles positivos y negativos.

### 6.2. Control del agua de enjuague y contaminación cruzada.

Por cada serie de 10 muestras, incluya una muestra de 100 mL de agua de enjuague. Incube el control bajo las mismas condiciones que las muestras.

## 7. Cálculos


$$\text{UFC/100 mL} = \frac{\text{colonias coliformes contadas} \times 100}{\text{mL muestra filtrada}}$$

Si no se observa ninguna colonia, reporte el número de colonias como <1 UFC/100 mL. Si el conteo de colonias sobrepasa 200 por filtro o si las colonias no están bien definidas y no pueden contarse, reporte >200 UFC.

## 8. Registros

Formato de eliminación de muestras

Registro de control de ciclos de esterilización

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes totales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-035  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 5 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---


Formato registro medios de cultivo y caldos en refrigeración

F-040 Hoja de trabajo: Análisis por filtro de membrana

F-044 Control de temperatura de incubadoras (a 35 °C y 44 °C)

### 9. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.
2	Incorporación de registros y formatos identificados.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes fecales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-034  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 1 de 4  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

## 1. Alcance y aplicaciones.


El ensayo de coliformes fecales se usa para distinguir aquellos organismos coliformes que son fecales. Esta técnica es aplicable a una gran variedad de aguas naturales, residuales y agua potable. La determinación de coliformes fecales por el método de filtración por membrana usa un medio enriquecido de lactosa y una temperatura de incubación de  $44.5 \pm 0.2$  °C, temperatura crítica para la selectividad del ensayo.

La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 9222 D.

## 2. Materiales y equipo

- 2.1. Botellas de vidrio, use botellas de vidrio esterilizable, preferiblemente con tapa de vidrio esmerilado. Pueden usarse botellas de plástico no tóxico que puedan esterilizarse. Cubra las tapas y cuellos de las botellas con papel de aluminio antes de esterilizarlas.
- 2.2. Botellas para agua de dilución, preferiblemente de borosilicato y tapa de vidrio o rosca cuyo revestimiento no produzca sustancias tóxicas al ser esterilizada. Pueden sustituirse por botellas de plástico no tóxico esterilizables.
- 2.3. Pipetas y probetas; antes de esterilizar, cubra las probetas con papel de aluminio. Después de esterilizar mantenga la cubierta para prevenir la contaminación.
- 2.4. Recipientes para los medios de cultivo de vidrio de borosilicato.
- 2.5. Platos de cultivo, estériles de vidrio de borosilicato o platos petri desechables pre esterilizados.
- 2.6. Sistema de filtración. El sistema consiste de un embudo sujetado a una base mediante magneto o con sujetadores. Los embudos y bases deben ser autoclavables. El sistema de filtración debe envolverse en papel aluminio y esterilizarse en un autoclave y guardarse hasta su uso. Use radiación UV para esterilizar inmediatamente antes de usar y entre muestras.
- 2.7. Filtros de membrana. Porosidad de 0.45 micrones, pre esterilizados, certificados por el fabricante. Almacene por un máximo de un año.
- 2.8. Almohadillas absorbentes. Las almohadillas deben poder absorber 1.8 a 2.2 mL de medio, aproximadamente 47-48 mm de diámetro. Pre esterilizadas y certificadas por el fabricante.
- 2.9. Pinzas. Se esterilizan antes de usar humedeciendo en alcohol etílico al 95% o alcohol metílico absoluto y flameando.
- 2.10. Incubadora: Temperatura de  $44.5^{\circ}\text{C} \pm 0.2$  °C y humedad relativa de 60%.



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes fecales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-034  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 2 de 4  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

2.11. Microscopio y fuente de luz. Magnificación de 10 a 15 diámetros y una fuente de luz fluorescente blanca. No se debe usar luz incandescente.

2.12 Contador de colonias

### 3. Reactivos

Use medios deshidratados disponibles comercialmente. Siga las instrucciones del fabricante del medio para rehidratarlos. Guarde los envases de medio abiertos en un desecador. También puede usarse medio en forma líquida, disponible comercialmente en ampollas estériles u otra presentación. Verifique el pH de los medios y soluciones según el método 4500-H+ del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition.

3.1. Caldo M-FC: Rehidrate según las indicaciones del fabricante y vierta 2.0 mL del medio líquido en los platos petri con almohadilla absorbente. Refrigere el caldo por un máximo de 4 días.

3.2. Agua de dilución:


- a. Solución madre de agua tamponada. Disuelva 34.0 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  en 500 mL de agua destilada, ajuste el pH a  $7.2 \pm 0.5$  con 1N NaOH y diluya a 1 L con agua destilada. Deseche las soluciones tamponadas turbias. A 1 L de agua destilada, añada 1.25 mL de la solución madre tamponada y 5.0 mL de solución de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (81.1 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{L}$ ). Vierta porciones de  $99 \pm 2.0$  mL ó  $9 \pm 0.2$  mL en las botellas de agua de dilución y ponga en el autoclave por 15 minutos.
- b. Agua de peptona. Prepare una solución de peptona al 10% en agua destilada. Diluya a 0.1% y ajuste el pH a 6.8. Vierta porciones de  $99 \pm 2.0$  mL ó  $9 \pm 0.2$  mL en las botellas de agua de dilución y ponga en el autoclave por 15 minutos.

### 4. Toma y preservación de muestras

4.1. Colecte las muestras en botellas previamente lavadas, con un enjuague final de agua destilada o desionizada, y esterilizadas. Ver punto 2.1.

4.2. Para muestras con cloro residual, añada  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  a la botella de muestreo para dar una concentración de 100 mg/L (aproximadamente 1.0 mL de 10%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  para una botella de 250 mL). Tape la botella y esterilice en el autoclave.

4.3. Cuando colecte la muestra deje espacio, unos 2,5 cm, para poder agitar antes del ensayo.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes fecales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-034  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 3 de 4  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

- 4.4. Procure usar técnicas de asepsia para evitar contaminación de la muestra. Mantenga la botella tapada y cerrada hasta que se vaya a llenar. No toque el interior de la botella con sus dedos. Apenas colecte la muestra, tape inmediatamente.
- 4.5. Para muestras de aguas superficiales, colecte muestras simples usando el método directo (**ver M-003 Manual de muestreo**).
- 4.6. Para muestras de aguas residuales, colecte según la Norma COPANIT 35-2000 ó la normativa vigente.
- 4.7. Las muestras deben transportarse a <10 °C y analizarse lo más pronto posible. El tiempo máximo hasta el momento de análisis es 24 horas. Para muestras de fiscalización, el tiempo máximo es de 6 horas.

## 5. Procedimiento

### 5.1. Volumen de muestra.


El volumen ideal de muestra presenta de 20 a 80 colonias de coliformes y no más de 200 colonias de otro tipo en la superficie de la membrana. Los volúmenes de muestra sugeridos son 10-100 mL para lagos y pozos, 0.1-10 mL para aguas marinas, 0.001-1.0 mL para aguas de ríos y 0.0001-0.1 mL para aguas residuales. Filtre tres volúmenes diferentes de la muestra dependiendo de la densidad de bacterias esperada. Cuando se filtren menos de 10 mL de muestra, añada al embudo aproximadamente 10 mL de agua de dilución estéril antes de dispensar el volumen de muestra o dispense el volumen de muestra a una botella de agua de dilución y luego filtre la solución completa.

### 5.2. Filtración.

- a. Coloque el filtro sobre la base con las pinzas estériles, con el tramado boca arriba.
- b. Coloque el embudo sobre la base y sujétela.
- c. Filtre la muestra con vacío parcial. Con el vacío andando, enjuague el embudo con tres porciones de agua de dilución de 20 a 30 mL para prevenir contaminación por arrastre.
- d. Una vez terminada la filtración, coloque el filtro en el plato petri con el medio usando las pinzas estériles. Procure que no queden burbujas de aire entre el filtro y la almohadilla.
- e. Incube el plato boca abajo por 22-24 horas, máximo 24 hrs., a 44.5°C ± 0.2 °C.

### 5.3. Conteo de colonias.

La colonia típica presenta color rosado a rojo oscuro con una superficie metálica brillante. La colonia atípica puede ser rojiza mucoide, con núcleo y sin brillo. Cuente

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de coliformes fecales – Filtración de membrana</p>	<p><b>Código</b> : P-034  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 26/01/10  <b>Página</b> : 4 de 4  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	---

tanto las colonias típicas como atípicas. Generalmente, las colonias rosadas, azules, blancas o sin color y sin brillo no se consideran coliformes.

## 6. Controles

### 6.1. Medios.

Para cada lote de medio nuevo, verificar su desempeño comparándolo con el medio usado anteriormente y considerado aceptable. Antes de usar, evalúe el desempeño del lote contra controles positivos y negativos.

### 6.2. Control del agua de enjuague y contaminación cruzada.

Por cada serie de 10 muestras, incluya una muestra de agua de dilución. Incube el control bajo las mismas condiciones que las muestras.

## 7. Cálculos

$$\text{UFC/100 mL} = \frac{\text{colonias coliformes contadas} \times 100}{\text{mL muestra filtrada}}$$

Si no se observa ninguna colonia, reporte el número de colonias como <1 UFC/100 mL. Si el conteo de colonias sobrepasa 200 por filtro o si las colonias no están bien definidas y no pueden contarse, reporte >200 UFC.

## 8. Registros

Formato de eliminación de muestras

Registro de control de ciclos de esterilización

Formato registro medios de cultivo y caldos en refrigeración

F-040 Hoja de trabajo: Análisis por filtro de membrana

F-044 Control de temperatura de incubadoras (a 35 °C y 44 °C)

## 9. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original
2	Incorporó los registros del procedimiento al apartado 8. En el apartado 7, se cambió TNTC por >200 UFC.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SAAM (SM 5540 C) con adecuaciones.

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 08/02/2012  
Página : 1 de 6  
Aprobado : LB

### 1. Discusión General

- a. *Definición y principio:* las sustancias activas al azul de metileno (SAAM) se manifiestan frente a dicho reactivo, el cual no es más que un colorante catiónico; que lleva una solución acuosa, a un líquido orgánico inmiscible hasta llegar al equilibrio. Esto se produce a través de la formación de un par de iones libres provenientes del anión de SAAM y el catión de metilo azul. La intensidad del color azul resultante en la fase orgánica es una medida de SAAM. Los surfactantes aniónicos se encuentran entre los más destacados de muchas sustancias, naturales y sintéticas, que muestran la actividad del azul metileno. El método SAAM es útil para estimar el contenido de surfactantes aniónicos presente en aguas y aguas residuales, pero siempre hay que tener en cuenta la posible presencia de otros tipos de SAAM.

Este método es relativamente simple y preciso. Se compone de tres extracciones sucesivas de ácido en medio acuoso que contiene exceso de azul de metileno en cloroformo ( $\text{CHCl}_3$ ), seguido por un lavado acuoso y la medición del color azul en el  $\text{CHCl}_3$  por espectrofotometría a 652nm. El método es aplicable a concentraciones SAAM en conteo regresivo hasta aproximadamente 0.025mg / l.

- b. *Respuestas de surfactantes aniónicos:* los jabones no responden al método SAAM. Los que son utilizados en o como detergentes son sales alcalinas de  $\text{C}_{10-20}$  ácidos grasos  $[\text{RCO}_2]^- \text{Na}^+$ , y aunque aniónicos por naturaleza, son tan débilmente ionizados que un par de iones extraíbles no se forma en las condiciones de prueba. Los surfactantes aniónicos sin jabón generalmente utilizados en la formulación de detergentes son muy sensibles. Estas incluyen principalmente surfactantes del tipo sulfonato  $[\text{RSO}_3]^- \text{Na}^+$ , el tipo éster sulfato de  $[\text{ROSO}_3]^- \text{Na}^+$ , y no iones sulfatados  $[\text{RE}_n\text{OSO}_3]^- \text{Na}^+$ . Ellos son recuperados casi por completo por una sola extracción de  $\text{CHCl}_3$ .

Sulfonato de alquilbenceno lineal (LAS) es el surfactante aniónico más utilizado con el fin de estandarizar el método SAAM. LAS no es un solo compuesto, pero puede comprender cualquiera de los 26 isómeros y homólogos con la estructura  $[\text{R}'\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3]^- \text{Na}^+$ . donde  $\text{R}'$  es un grupo lineal alcalino secundario con una longitud que va de 10 hasta 14 átomos de carbono. El proceso de fabricación define la mezcla, que además puede ser modificada aún más por el proceso de tratamiento de aguas residuales.

Ambos tipos de surfactantes (sulfonato y sulfato) responden al análisis SAAM, pero pueden ser diferenciados por otros medios. El tipo de sulfato se descompone por hidrólisis ácida; la disminución resultante en SAAM corresponde al contenido original del surfactante sulfato mientras que la SAAM restante corresponde a los surfactantes de sulfonato. El sulfonato alquilbenceno puede ser identificado y cuantificado por espectrometría infrarroja después de la purificación.<sup>1</sup> LAS puede distinguirse de otros surfactantes de sulfonato de alquilbenceno por métodos infrarrojos.<sup>2</sup> LAS puede ser identificado de manera inequívoca y su composición detallada de isómero-homólogo puede ser determinada por cromatografía de desulfonación de gas.<sup>3</sup>

- c. *Interferencias:* las interferencias positivas son el resultado de todas las otras especies presentes de SAAM, si una determinación individual directa de cualquier especie de SAAM, tal como LAS es solicitada, todas las otras interfieren. Sustancias tales como sulfonatos orgánicos, sulfatos, ácidos orgánicos y fenoles, y tiocianatos inorgánicos, cianatos, nitratos y cloruros de metileno también pueden transferir más o menos azul de metilo a la fase de cloroformo. Cuanto más pobre es la extractibilidad de sus pares



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SAAM (SM 5540 C) con adecuaciones.

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 08/02/2012  
Página : 2 de 6  
Aprobado : LB

de iones, más eficaz es la etapa de lavado acuoso en la eliminación de estas interferencias positivas; la interferencia a partir del cloruro es eliminada casi por completo y en gran medida a partir del nitrato por la contracorriente. Debido a la variada extractibilidad de SAAM no - surfactantes, las desviaciones en la proporción del  $\text{CHCl}_3$  y el proceso de lavado a contracorriente puede dar lugar a diferencias significativas en el SAAM total observado, sin embargo, el recobro de los surfactantes de tipo sulfonato y sulfato estará sustancialmente completo en todos los casos.

Interferencias negativas pueden derivarse de la presencia de surfactantes catiónicos y otros materiales catiónicos tales como las aminas, pues estas compiten con el azul de metileno en la formación de pares de iones. Algunos materiales en particular pueden ocasionar interferencia negativa por adsorción de SAAM. Aun cuando algunas de las SAAM adsorbidas pueden ser desorbida y ordenadas en pares durante las extracciones de  $\text{CHCl}_3$ , el rescate puede ser incompleto y variable.

Minimice las interferencias de materiales no surfactantes por sublimación si es necesario (Sección 5540B). Otras medidas preventivas no están estandarizadas. Remueva las interferencias de surfactantes catiónicos y otros materiales catiónicos utilizando una resina de intercambio catiónico dentro de condiciones propias y adecuadas.<sup>3</sup> Manipule la absorción de SAAM por partículas, preferiblemente mediante el filtrado y análisis de los insolubles. Con o sin filtrado, las SAAM absorbidas, puede ser desorbida por hidrólisis ácida, sin embargo, el SAAM que se origine de cualquier tipo de éster sulfato de surfactantes y este presente se destruye simultáneamente.<sup>1</sup> Sulfuros, a menudo presente en las aguas residuales tratadas en bruto o primarias, puede reaccionar con el azul de metileno para formar un gas incoloro producto de la reducción, lo que hace imposible el análisis. Elimine esta interferencia por oxidación previa con peróxido de hidrógeno.

- d. *Peso molecular*: los resultados de la prueba parecen diferir si se expresa en términos de peso y no en las cantidades molares. Cantidades equimolares de dos surfactantes aniónicos con diferentes pesos moleculares deberían dar colores sustancialmente iguales en la capa de  $\text{CHCl}_3$ , aunque las cantidades en peso pueden diferir significativamente. Si los resultados se expresaran en peso, como es normalmente deseable, el peso molecular medio del surfactantes medido tiene que ser conocido, o se debe utilizar una curva de calibración realizada con ese compuesto en particular. Dado que ese tipo de información tan detallada generalmente falta, informe los resultados en términos de una curva de calibración estándar adecuada, por ejemplo "SAAM 0.65mg /L (calculado como LAS, peso molecular 318)".
- e. *La cantidad mínima detectable*: 0.2 mg/L de SAAM (calculado como LAS).
- f. *Uso*: El método SAAM ha sido aplicado con éxito a muestras de agua potable. En aguas residuales, desechos industriales y lodos, numerosos materiales que normalmente están presentes, pueden interferir seriamente si se da una determinación directa de SAAM. La mayoría de las interferencias no-surfactantes en fase acuosa pueden ser removidas por sublimación. El método es lineal en un intervalo aproximado de 0 – 1.6 mg/L de LAS de la norma. Esto puede variar un poco dependiendo de la fuente del material estándar.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SAAM (SM 5540 C) con adecuaciones.

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 08/02/2012  
Página : 3 de 6  
Aprobado : LB

### 2. Aparato

- a. *Equipo colorimétrico*: Uno de los siguientes se requiere:
- 1) *Espectrofotómetro*, para su uso a 652 nm, proporcionando un haz de luz de 1 cm o más.
  - 2) *fotómetro de filtro*, proporcionando un haz de luz de 1 cm o más y equipado con un filtro de color rojo que permita una transmitancia máxima cerca de 652 nm.
- b. *embudos de separación*: 500 ml, de preferencia con llaves de paso inertes TFE y tapones.

### 3. Reactivos

- a. *Solución madre LAS*: Ampolla de LAS de concentración conocida de 60 mg/L
- b. Solución indicadora de Fenolftaleína, solución alcohólica.
- c. El hidróxido de sodio, NaOH 1N: pesar con exactitud 40.0g de NaOH (perlas) y llevarlo a un volumétrico de 1000 ml aforando con agua destilada hasta la marca.
- d. El ácido sulfúrico, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N y 6N: a partir de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado (aproximadamente 18 N) se pipetea con exactitud 16.6 ml y se coloca en un volumétrico de 50 ml aforando con agua destilada hasta la marca. A partir del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6.0 N pipetear 5.55 ml, llevarlo a un matraz volumétrico de 100 ml y aforo con agua destilada hasta la marca.
- e. Cloroformo, CHCl<sub>3</sub>: PRECAUCIÓN: El cloroformo es tóxico y probable cancerígeno. Tome las precauciones adecuadas contra la inhalación y exposición de la piel.
- f. *Reactivo azul de metileno*: Disolver 100 mg metileno azul† en 100 mL de agua. Transferir 30 ml a un matraz aforado de 1000 ml. Añadir 500 ml de agua, 41mL 6N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, y 50 g de fosfato de sodio, monobásico, monohidrato, NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> • H<sub>2</sub>O. Agitar hasta que se disuelva. Diluir hasta 1000 ml.
- g. *Solución de lavado*: Añadir 41 ml de 6N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 500 ml de agua en un matraz aforado de 1000 mL. Añadir 50 g de NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> • H<sub>2</sub>O. Agite hasta que se disuelva. Diluir hasta 1000 ml.
- h. *El metanol*, CH<sub>3</sub>OH. PRECAUCIÓN: Los vapores del metanol son tóxicos e inflamables, tome las debidas precauciones.
- i. *Peróxido de hidrógeno*, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 30%.
- j. *Lana de vidrio*: Pre-extracto con CHCl<sub>3</sub> para eliminar interferencias.
- k. *Agua, destilada*, libre de SAAM. Se utiliza para hacer todos los reactivos y diluciones.

### 4. Procedimiento

- a. *Preparación de la curva de calibración*: Preparar una curva de calibración inicial que consiste de al menos cinco estándares de referencia (¶ 1f) o dentro del rango de concentración deseado. Siempre que se demuestra linealidad arriba del rango de interés ( $r = 0,995$  o mejor) lleve a cabo revisiones diarias de las normas en el límite permitido y una concentración por encima a la concentración de las muestras exceptuadas. Verificar que los resultados estándar deberán estar dentro del 25% del valor original en los límites permitidos y el 10% del valor original de todos los demás. De lo contrario, preparar una nueva curva de calibración.
- A partir de la solución madre de LAS se mide con ayuda de una micropipeta las siguientes cantidades de LAS para obtener concentraciones conocidas, colocándolos en cada uno de los embudos de separación, debida y previamente lavados y secos.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SAAM (SM 5540 C) con adecuaciones.

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 08/02/2012  
Página : 4 de 6  
Aprobado : LB

Volumen de la Sol. Madre LAS	Concentración (mg/L)	Absorbancia a 652 nm (ejemplo)
0	0	0
1	0.2	0.067
2	0.4	0.112
4	0.8	0.213
8	1.6	0.442

Añadir agua suficiente para completar el volumen total de 100 mL en cada embudo de decantación. Tratar cada estándar como se describe en el 4d - e, a continuación, y trazar una curva de calibración de absorbancia vs microgramos de LAS tomadas, precisando el peso molecular de la LAS utilizada.

*b. Tamaño de la muestra:* Para un análisis directo de agua y aguas residuales, seleccione el volumen de la muestra basándose en las concentraciones esperadas de SAAM según el color observado (realice una evaluación visual previa para determinar la presencia de espuma, lo cual puede ayudar a conocer la mejor dilución de la muestra, de manera que quede dentro de los colores obtenidos para la curva de calibración).

Concentración esperanzado de SAAM Mg/L	Cantidad de la muestra mL
0.025 – 0.080	400
0.08 – 0.40	250
0.4 – 0.2	100

Si la concentración de SAAM esperada es superior a 1.6 mg/L, diluir el contenido de la muestra de 40 a 200 veces con 100 mL de agua.

Para el análisis de muestras purificadas por sublimación, disolver los residuos sublimados (Sección 5540B, 4e) en 10 a 20 ml de metanol, cuantitativamente transferir la totalidad (o una porción adecuada si se espera más de 200 µg SAAM) a 25 - 50 ml de agua, evapore sin que hierva hasta que el metanol se disipe, añadiendo agua si es necesario para evitar ir a la sequedad, y diluir a 100 ml con agua.

*c. Tratamiento de peróxido:* Si es necesario para evitar la decoloración del azul de metileno por sulfuros, agregue unas gotas de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30%.

*d. Ion de vinculación y extracción:*

1) Añada la muestra un embudo de decantación. Alcalinizar añadiendo gota a gota 1N NaOH, utilizando un indicador fenolftaleína. Descolorar el rosa agregando por goteo, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N.

2) Añadir 10 ml de CHCl<sub>3</sub> y 25 ml de azul de metileno. Agitar energicamente el embudo durante 30 s y dejar que se dé la separación de las fases.

Alternativamente se puede colocar una barra de agitador magnético en el embudo de decantación; recline el embudo de lado sobre un agitador magnético y ajuste la velocidad de agitación para producir un movimiento balanceado. La agitación excesiva puede causar la formación de emulsiones. Para romper emulsiones persistentes añadir una pequeña cantidad de alcohol isopropílico (<10 mL), añadir el mismo volumen de alcohol isopropílico para todos los estándares. Algunas muestras requieren un periodo de separación de fases más largo que otras. Antes de drenar la capa de CHCl<sub>3</sub>, revuelva lentamente, y luego dejar reposar.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SAAM (SM 5540 C) con adecuaciones.


**Código** : P-xxx  
**Revisión** : 2  
**Vigencia** : 08/02/2012  
**Página** : 5 de 6  
**Aprobado** : LB

3) Drene la capa de  $\text{CHCl}_3$  en un segundo embudo de separación. Enjuague el primer embudo de separación con una pequeña cantidad de  $\text{CHCl}_3$ . Repita la extracción dos veces más, usando 10 mL  $\text{CHCl}_3$  cada vez. Si el color azul en la fase acuosa se debilita o desaparece, descartar y repetir, utilizando una muestra más pequeña.

4) Combinar los extractos  $\text{CHCl}_3$  en el segundo embudo de decantación. Añadir 50 ml de solución de lavado y agitar vigorosamente durante 30 s. Las emulsiones no se deben formar en esta etapa. Dejar reposar, revuelva y recoja la capa de  $\text{CHCl}_3$  través de un embudo de vidrio con un tapón de lana en un matraz aforado de 100 ml; el filtrado debe ser claro. Extraer la solución de lavado dos veces con 10 ml de  $\text{CHCl}_3$  cada vez y decante el cloroformo a través de la fibra de vidrio. Enjuague el embudo de vidrio y la fibra de vidrio con  $\text{CHCl}_3$ . Recoger los lavados en un matraz Volumétrico de 100ml, diluir hasta la marca con  $\text{CHCl}_3$  para luego mezclar bien.

e) Medición: Determinar la absorbencia a 652 nm contra un blanco de  $\text{CHCl}_3$ . Celdas de 1.0 (un) centímetro o más largas.



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>ANÁLISIS DE SURFACTANTES ANIÓNICOS COMO SAAM (SM 5540 C) con adecuaciones.</b></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 08/02/2012  <b>Página</b> : 6 de 6  <b>Aprobado</b> : LB</p>
--	--	---

## 5. Cálculos

De la curva de calibración (¶ 4b) leer microgramos de la LAS aparente (mol wt\_\_\_\_) correspondiente a la absorbancia medida.

$$\text{mg SAAM/L} = \frac{\text{Ug aparente LAS}}{\text{mL muestra original}}$$

Reportar como “SAAM, calculado como LAS, mol wt\_\_\_\_”

## 6. Precisión y sesgo

Una muestra sintética que contiene 270 µg LAS/L en agua destilada fue analizada en 110 laboratorios, con una desviación estándar relativa del 14.8% y un error relativo del 10.6%.

Una muestra de agua del grifo al que se añadió 480 µg LAS/L fue analizada en 110 laboratorios, con una desviación estándar relativa de 9.9% y un error relativo del 1.3%.


Una muestra de agua de río con 2.94 µg LAS/L añadido fue analizada en 110 laboratorios, con una desviación estándar relativa de 9.1% y un error relativo del 1.4%.<sup>4</sup>

## 7. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.  
Formulario

## 8. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Aceites y grasas por Gravimetría</p>	<p><b>Código</b> : P-033  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia desde</b> : 18/6/12  <b>Página</b> : 1 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

## 1. Alcance y aplicaciones.

En la determinación de grasas y aceites no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica, más bien, se determinan grupos de sustancias con características físicas similares sobre la base de su solubilidad en un solvente orgánico. Las grasas y aceites son cualquier sustancia recuperada soluble en el solvente, e incluye otras sustancias extraídas por el solvente en una muestra ácida y sustancias no volatilizadas durante el ensayo.


La prueba es apropiada para lípidos biológicos e hidrocarburos minerales. La prueba es aplicable a la mayoría de las aguas residuales industriales o efluentes tratados que contengan estos materiales. El método no es aplicable a fracciones de puntos de ebullición bajos, que se volatilizan a temperaturas menores de 85°C.

La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 5520B.

## 2. Materiales y equipo

- 2.1. Embudos de separación de 2 L con llave de paso de teflón o su equivalente.
- 2.2. Matraz de destilación de 125 mL.
- 2.3. Embudo de líquido de vidrio
- 2.4. Papel filtro, Watman N°40 o Equivalente
- 2.5. Centrífuga y tubos para centrífuga de 100 mL de vidrio.
- 2.6. Baño de agua, 85 °C
- 2.7. Bomba de vacío
- 2.8. Aparato para recuperación de destilado.
- 2.9. Baño recirculante (Rotavapor)
- 2.10. Desecador
- 2.11. Envase para depositar el solvente usado.

Filtro: Watman N°40 o Equivalente

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Aceites y grasas por Gravimetría</p>	<p><b>Código</b> : P-033  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia desde</b> : 18/6/12  <b>Página</b> : 2 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

### 3. Reactivos

Prepare los reactivos con anterioridad. Sin embargo, si se presenta alguna señal de precipitación o crecimiento biológico, descartar. Para la preparación de los reactivos, use productos de pureza grado reactivo o mejor, y agua destilada o su equivalente.


- 3.1. Ácido clorhídrico o sulfúrico, 1:1. Mezcle volúmenes iguales de cualquiera de los dos ácidos con agua.
- 3.2. n-Hexano, pureza mínima de 85%, mínimo 99% de isómeros saturados C6, menos de 1 mg/L de residuo; si es necesario, destile. No usar tubería de plástico para transferir el solvente entre los recipientes.
- 3.3. Sulfato de sodio, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.: Anhidro. Seque a 200-250 °C por 24 horas.
- 3.4. Acetona, menos de 1 mg/L de residuo
- 3.5. Hexadecano, mínimo 98% de pureza.
- 3.6. Patrón de hexadecano/ácido esteárico: 1:1 w/w en acetona a 2 mg/mL cada uno. Se puede usar la mezcla comercial o se puede preparar. Para preparar el patrón, Disuelva 200 ± 2 mg de ácido esteárico y 200 ± 2 mg de hexadecano en un matraz volumétrico de 100 mL y afore con acetona. Almacene en un vial con tapa de teflón e inmediatamente marque el nivel de la solución en el vial para poder verificar si se disipa el solvente. Antes de usar el patrón, verifique si es necesario aforar nuevamente con acetona. Caliente para redissolver cualquier precipitado visible.

### 4. Toma y preservación de muestras

Para determinación de aceites y grasas, coleccionar muestras simples de 1 L. Los envases deben ser de vidrio de boca ancha. Los envases deben lavarse con detergente, enjuagar el detergente con agua y finalmente enjuagarse con solvente para remover cualquier residuo que pudiese interferir con el análisis. Acidificar con 1:1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o 1:1 HCl a pH<2. Puede verificar el pH de la muestra según el método 4500-H+ del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition. Refrigerar a 4°C.

### 5. Procedimiento

- 5.1. Antes de iniciar el procedimiento, cuando lleguen las muestras al laboratorio, marque la botella en el menisco o pese la botella para determinar después el volumen de la muestra.
- 5.2. Usando un embudo de vidrio, transfiera la muestra al embudo de separación. Enjuague el envase con la muestra con 30 mL de hexano y vierta el enjuague en el embudo de separación.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Aceites y grasas por Gravimetría</p>	<p><b>Código</b> : P-033  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia desde</b> : 18/6/12  <b>Página</b> : 3 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

- 5.3. Agite vigorosamente por 2 minutos y luego deje que se separen las fases.
- 5.4. Drene la fase acuosa en el envase original de la muestra.
- 5.5. Drene la fase no acuosa a través de un embudo de vidrio con papel filtro y 10 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, pre enjuagado con solvente en un matraz de destilación limpio y pesado. Si se forma una emulsión proceda con los pasos (5.5. a, b)
  - a) Si la emulsión es > 5 mL, drene la emulsión y la fase no acuosa en un tubo de centrifugado de vidrio y centrifugue por 5 minutos a aproximadamente 2400 rpm. Transfiera el material centrifugado a un embudo de separación y drene la fase no acuosa por un embudo de vidrio con papel filtro y 10 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, pre enjuagado con solvente en un matraz de destilación limpio y pesado. Recombine la fase acuosa y cualquier emulsión o sólidos restantes en el embudo de separación.
  - b) Si la emulsión es <5 mL, drene sólo la fase no acuosa clara a través del embudo con el papel filtro pre humedecido y 10 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Recombine la fase acuosa y cualquier emulsión o sólidos restantes en el embudo de separación.
- 5.6. Realice la extracción dos veces más con 30 mL cada repetición, siempre enjuagando el envase con el solvente. Repita la centrifugación si se forma una emulsión las siguientes extracciones.
- 5.7. Combine los extractos en el matraz de destilación e incluya un enjuague final del filtro y del Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con 10-20 mL de solvente.
- 5.8. Destile el solvente en un baño de agua a 85 °C (rotavapor).
- 5.9. Cuando termine la condensación del solvente, cambie el aparato de destilación por una bomba de vacío e inmediatamente saque el aire haciendo un vacío por 1 minuto.
- 5.10. Enfríe en el desecador hasta obtener un peso constante.
- 5.11. Para determinar el volumen inicial de la muestra, llene el envase original hasta la marca y luego mida el volumen en una probeta, o pese el envase vacío y tapa y calcule el volumen por diferencia con el peso inicial (asumiendo una densidad de 1,00).

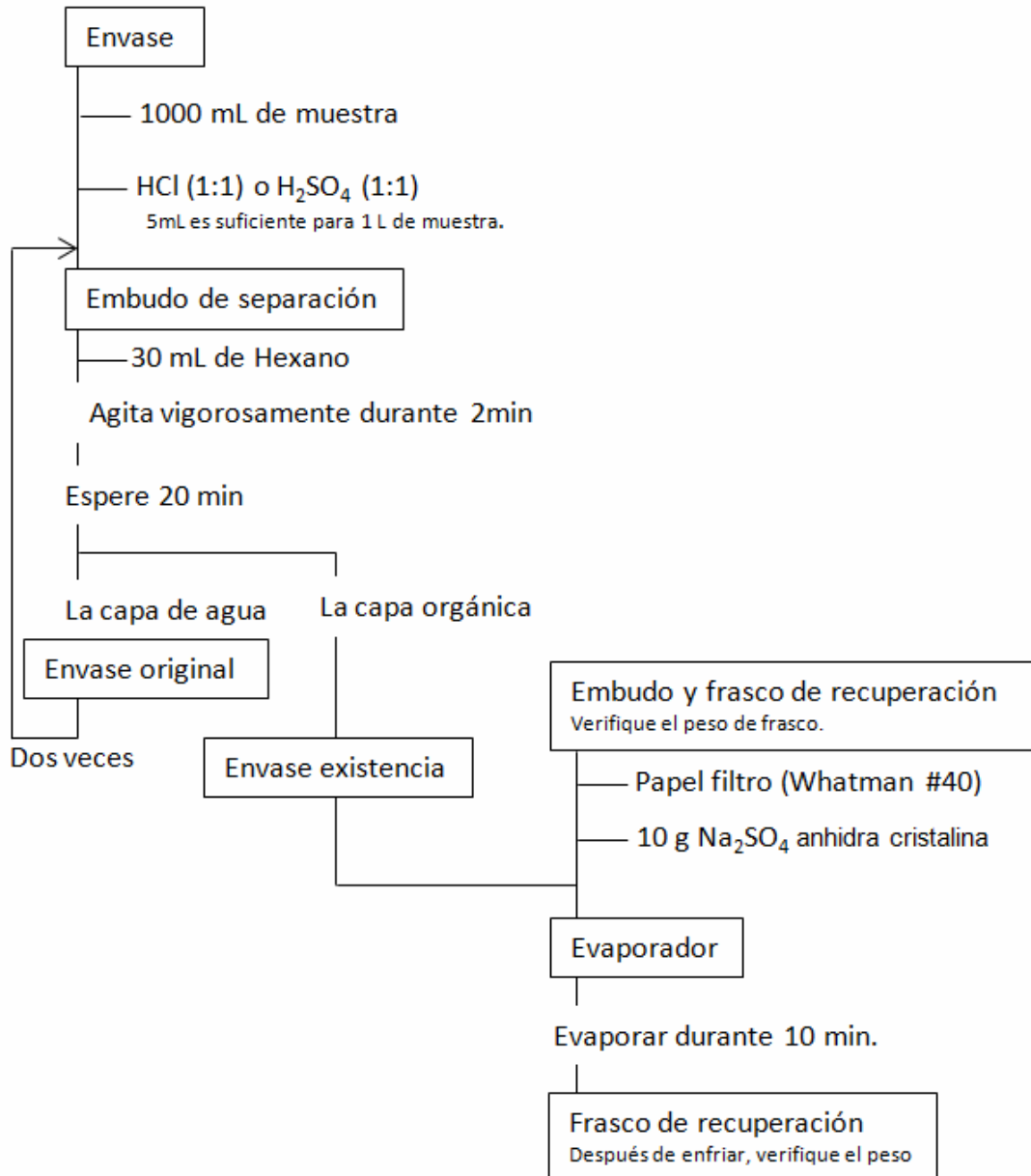


**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental


## PROCEDIMIENTO

### Determinación de Aceites y grasas por Gravimetría

Código : P-033  
Revisión : 2  
Vigencia desde : 18/6/12  
Página : 4 de 5  
Aprobado : AF



5 – 1 Diagrama de flujo sobre procedimiento

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Aceites y grasas por Gravimetría</p>	<p><b>Código</b> : P-033  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia desde</b> : 18/6/12  <b>Página</b> : 5 de 5  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

## 6. Controles

6.1. Blanco. Usar agua desionizada, la cual debe tratarse igual que una muestra. Corra un blanco con cada grupo de muestras.

6.2. Blanco fortificado. Incluya un blanco fortificado con el patrón de hexadecano/ácido esteárico con cada grupo de muestras para una concentración de 20 mg/L. La recuperación debe estar entre 79-114%.

6.3. Verificación del patrón. Confirme la concentración de la solución patrón pesando 10,0 ± 0,1 mL de solución. Seque la porción en un plato previamente pesado bajo la cámara de extracción. El peso seco debe ser 40,0 ± 1 mg. Preparar una solución fresca si no cumple con este peso.

## 7. Cálculos

Calcule los aceites y grasas en la muestra así:

$$\text{mg/L de aceites y grasas} = \frac{Pr - Pb}{Vm}$$

donde:

Pr = Peso total del matraz y el residuo menos el peso del matraz vacío en mg,

Pb = Peso total del matraz y el residuo del blanco menos el peso del matraz vacío en mg,

Vm = Volumen inicial de la muestra en L

## 8. Registros asociados

Hoja de trabajo, Aceites y grasas por gravimetría de partición-SM5520B

## 9. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Hidrocarburos</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : x  <b>Vigencia</b> : 18/6/12  <b>Página</b> : 1 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	--

## 1. Alcance y aplicaciones.

El gel de sílice tiene la habilidad de absorber materiales polares. Si se mezcla con el gel de sílice una solución de hidrocarburos y materiales grasos en un solvente no polar, se eliminan los ácidos grasos selectivamente de la solución. Los materiales no eliminados por absorción del gel de sílice se designan como hidrocarburos en este ensayo.

## 2. Materiales y equipo

- a. *Agitador magnético.*
- b. *Varillas del agitador magnético*
- c. *Embudo para líquido, de vidrio.*
- d. *Papel de filtro.*
- e. *Desecador.*


\* Whatman No. 40 o equivalente (5B ADVANTEC).

## 3. Reactivos

- a. *n-Hexano:*
- b. *Gel de sílice*, malla de 100 a 200. † Seque a 110°C por 24 h, y guarde en un recipiente herméticamente sellado.
- d. Patrón de hexadecano/ácido esteárico: 1:1 w/w en acetona a 2 mg/mL cada uno. Se puede usar la mezcla comercial o se puede preparar. Para preparar el patrón, disuelva 200 ± 2 mg de ácido esteárico y 200 ± 2 mg de hexadecano en un matraz volumétrico de 100 mL y afora con acetona. Almacene en un vial con tapa de teflón e inmediatamente marque el nivel de la solución en el vial para poder verificar si se disipa el solvente. Antes de usar el patrón, verifique si es necesario aforar nuevamente con acetona. Caliente para redissolver cualquier precipitado visible.

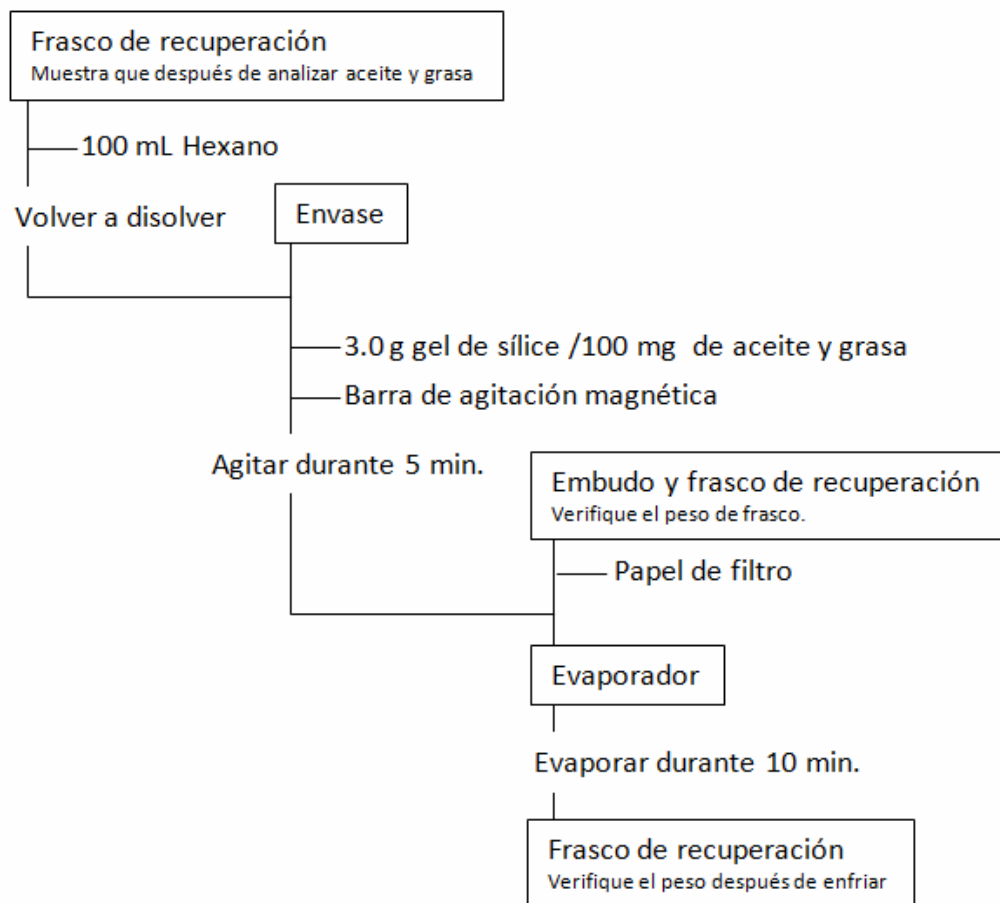
## 4. Procedimiento

Use la grasa y aceite extraído por el Método B para este ensayo. Cuando se determinen los hidrocarburos después de haber medido el aceite y grasa totales, disuelva de nuevo el aceite y grasa en 100 mL n-hexano (Método B) en 100 mL de solvente, agregue 3.0 g de gel de sílice/100 mg de aceite y grasa total, hasta un total de 30.0 g de gel de sílice (1000 mg de aceite y grasa totales). Para muestras con más de 1000 mg de

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Determinación de Hidrocarburos</h3>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : x  <b>Vigencia</b> : 18/6/12  <b>Página</b> : 2 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--


aceite y grasa totales, use un volumen medido de la muestra disuelta en 100 mL de solvente, agregue una cantidad apropiada de gel de sílice para la cantidad de aceite y grasa totales en la porción de la muestra y suba el volumen a 100 mL. Tape el recipiente y agite en el agitador magnético por 5 min. Para determinaciones gravimétricas, filtre la solución a través de un papel filtro previamente humedecido con solvente, lave el gel de sílice y el papel filtro con 10 mL del solvente, y combine con el filtrado. Referente a la extracción y recuperación de solvente, y sobre el enfriamiento del matraz de extracción antes de pesar, véase la Sección 5520B.4.

† Davidson Grade 923 o equivalente.



4 – 1 Diagrama de flujo sobre procedimiento



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Hidrocarburos</p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : x  <b>Vigencia</b> : 18/6/12  <b>Página</b> : 3 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	--

## 5. Cálculo

Calcule la concentración de hidrocarburo en miligramos por litro, como en aceite y grasa. (Métodos B).

## 6. Precisión y Desviación

Los datos siguientes, obtenidos de muestras sintéticas, son indicativos para productos naturales de animales, vegetales y minerales, pero no pueden ser aplicados a los productos industriales especializados explicados anteriormente.

En las determinaciones de hidrocarburos de 10 extractos de solvente sintético conteniendo una cantidad conocida de una gran variedad de productos petrolíferos, la recuperación promedio era de 97.2%. Extractos sintéticos similares de aceite Wesson, aceite de oliva, Crisco, y mantequilla tenían la recuperación de 0.0% como hidrocarburos medidos por el análisis infrarrojo.

Usando el agua reactiva fortalecida con aproximadamente 20 mg/L de cada uno de hexadecano y ácido esteárico, los datos combinados de estudios de laboratorios individuales y un estudio de validación del método interlaboratorio dieron una recuperación promedio de 89%, y una precisión (como desviación relativa estándar) de 13%.

## 7. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.

Formulario

## 8. Control de cambio

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE Cr MÉTODO COLORIMÉTRICO

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 03/02/2012  
Página : 1 de 4  
Aprobado : OP

### 1. Discusión General

**a. Principio:** Este procedimiento sólo mide cromo hexavalente, Cr (VI). Para la determinación de cromo total, digerir la muestra en ácido (ver Sección 3030) y proseguir con una técnica de análisis instrumental adecuada. El cromo hexavalente es determinado por el método colorimétrico debido a la reacción con la difenilcarbazida en una solución ácida. Se produce un complejo de color rojo-violeta de composición desconocida. La reacción es muy sensible, la absorción molar basada en cromo de aproximadamente  $40\ 000\ \text{L g}^{-1}\text{cm}^{-1}$  a 530 ó 540 nm.

**Nota:** La validación de la data para el método 3500-Cr B fue desarrollada a 540 nm. [Un tratamiento preliminar a menudo es necesario para presentar los metales a la metodología de análisis de manera apropiada. Métodos alternativos para el tratamiento previo de muestras se presenta en la Sección 3030.]

**b. Interferencias:** La reacción con la difenilcarbazida es prácticamente específico para el cromo. El molibdeno hexavalente y las sales de mercurio reaccionarán hasta formar una tonalidad con el reactivo, pero las intensidades son mucho menores que las formadas con cromo a un pH específico. Las concentraciones de Mo o Hg hasta un máximo de 200 mg/L pueden ser toleradas. El vanadio interfiere fuertemente, pero las concentraciones diez veces más altas que las de cromo no resultarán con errores significativos en el análisis. Hierro en concentraciones mayores de 1 mg/L puede producir un color amarillo, pero el color del ión férrico ( $\text{Fe}^{3+}$ ) no es muy fuerte y no presenta ninguna dificultad si la absorbancia es medida fotométricamente en una longitud de onda apropiada.

### 2. Aparato

**a. Equipo Colorimétrico:** Se requiere uno de los siguientes:

- 1) Espectrofotómetro, para utilizarse a 530 ó 540 nm, con un recorrido de luz de 1 cm o más.
- 2) Filtro del fotómetro, proporcionando un recorrido de luz de 1 cm o mayor y equipado con un filtro de color amarillo verdoso con un factor de transmisión máxima a 530 ó 540 nm.

**b. Utensilios de Laboratorio:** Colocar todos los artículos reutilizables (vidrio, plástico, etc.), incluyendo contenedores de muestra, durante la noche en detergente de grado de laboratorio, enjuagar y remojar durante 4 h en una mezcla de ácido nítrico (1 parte), ácido clorhídrico (2partes), y agua reactiva (9 partes). Enjuagar con agua de grifo y agua reactiva.

**Nota:** No usar jamás una solución limpiadora con ácido crómico.

### 3. Reactivos

Use agua reactiva (ver Sección 1080) para la preparación del reactivo y el procedimiento analítico.

**a. Solución madre de cromo:** Mezclar 100  $\mu\text{L}$  de Estándar de  $\text{Cr}^{6+}$  en agua y diluya hasta 100 mL; 1.00 mL = 500  $\mu\text{g}$  Cr. **PRECAUCIÓN:** Cromo hexavalente es tóxico y probablemente cancerígeno. Manéjelo con cuidado.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE Cr MÉTODO COLORIMÉTRICO

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 03/02/2012  
Página : 2 de 4  
Aprobado : OP

**b. Solución estándar de cromo:** Diluir 1.00 mL de la solución madre de cromo hasta 100 mL; 1.00 mL = 5.00 µg Cr. Prepare los estándares de calibración para el momento de realizar los análisis.

**c. Ácido Nítrico**, HNO<sub>3</sub>, conc.

**d. Ácido Sulfúrico**, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, conc, 18N, y 6N.

**e. Ácido Sulfúrico**, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0.2N: Diluya 17 mL 6N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> hasta 500 mL con agua.

**f. Ácido fosfórico**, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, conc.

**g. Solución de Difenilcarbazida:** Disuelva 250 mg 1,5-difenilcarbazida en 50 mL de acetona. Almacene en una botella de color chocolate. Prepare semanalmente. Descartar si la solución se decolora.

**h. Hidróxido de Sodio**, 1N: Disuelva 40 g NaOH en 1 L de agua. Almacene en una botella plástica.

Los mejores contenedores están hechos de cuarzo o TFE. Debido a que estos contenedores son costosos, los contenedores para muestras de preferencia son aquellos elaborados con polipropileno o polietileno linear con una capa de polietileno. Envases de vidrio de borosilicato también pueden ser utilizados, pero evite el uso de envases de vidrio suaves para muestras que contengan metales en el rango de microgramo por litro. Almacene las muestras para la determinación de plata en contenedores que absorban luz. Utilice únicamente contenedores y filtros que han sido enjuagados con ácido.

### 4. Procedimiento

**a. Preparación de la curva de calibración:** Para compensar ligeras pérdidas de cromo durante las operaciones de análisis, trate los estándares y las muestras siguiendo el mismo procedimiento. En consecuencia pipetee los volúmenes de soluciones estándar de cromo (5µg/mL) dentro de un rango de 2.00 a 20.0 mL, para dar estándares de 10 a 100 µg Cr, en vasos de 250 mL o matraces erlenmeyer. Dependiendo del tratamiento previo utilizado a continuación en ¶ b, proceda con el siguiente tratamiento de estándares como si fueran muestras.

Desarrolle colores para muestras, transfiera una porción considerable de cada solución de color a una celda de absorción de 1-cm, y mida la absorbancia 540 nm, utilizando agua reactiva como referencia. Corregir las lecturas de la absorbancia de los estándares sustrayendo la absorbancia de un reactivo blanco llevado a través del método.

Construya una curva de calibración introduciendo los valores de absorbancia correctos en comparación de los microgramos de cromo en un volumen final de 102 mL.

**b. Tratamiento de la muestra:** Si la muestra ha sido filtrada y/o el cromo hexavalente es lo único que se desea, inicie el análisis dentro de las primeras 24 h después de haber colectado la muestra y proceda con el punto ¶ 4c. **NOTA:** La evidencia reciente sugiere que las muestras preservadas se pueden conservar por 30 d sin cambios sustanciales a las concentraciones de Cr (VI).

**c. Desarrollo de color y medición:** Agregue 0.25 mL (5 gotas) H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>. Utilice 0.2N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y un medidor de pH para ajustar la solución a un pH 2.0 ± 0.5. Transfiera la solución a un matraz aforado de 100 mL, diluir hasta 100 mL, y mezcle. Añada 2.0 mL de la solución de difenilcarbazida, mezcle, y deje reposar de 5 a 10 min para que el color se desarrolle completamente. Transfiera una porción adecuada a una celda de absorción de 1-cm y mida



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE Cr MÉTODO COLORIMÉTRICO

Código : P-xxx  
Revisión : 2  
Vigencia : 03/02/2012  
Página : 3 de 4  
Aprobado : OP

la absorbancia a 530 ó 540 nm, utilizando agua reactiva como referencia. Corrija la lectura de absorbancia de la muestra sustrayendo la absorbancia del blanco llevado a cabo a través del método (vea también la nota más abajo). Determine en microgramos el cromo presente, a partir de la absorbancia corregida, tomando como referencia la curva de calibración.

**NOTA:** Si la solución se vuelve turbia después de la dilución a 100 mL en  $\uparrow$  c, tome una lectura de la absorbancia antes de agregar el reactivo de difenilcarbazida y corrija la lectura de la absorbancia de la solución de color final restando la absorbancia medida previamente.

### 5. Cálculos

$$\text{mg Cr/L} = \frac{\mu\text{g Cr (en 102mL de volumen final)}}{A}$$

donde:

A = mL muestra original.

### 6. Precisión y Sesgo

Referencias de datos de prueba de 16 laboratorios se obtuvieron en agua reactiva, agua del grifo, 10 % de solución de NaCl, aguas tratadas con residuos sintéticos orgánicos industriales, EPA extracción de lixiviados, agua procesadas, agua de lagos y efluentes de una planta de tratamiento de licor. Los datos de prueba obtuvieron las siguientes relaciones:

Agua Reactiva:

$$\begin{aligned} St &= 0.037x + 0.006 \\ So &= 0.022x + 0.004 \end{aligned}$$

Agua Potable o Agua Residual:

$$\begin{aligned} St &= 0.067x + 0.004 \\ So &= 0.037x + 0.002 \end{aligned}$$

Lixiviados:

$$\begin{aligned} St &= 0.032x + 0.007 \\ So &= 0.017x + 0.004 \end{aligned}$$

Donde:

St = precisión general,  
So = precisión de un operador individual, y  
x = concentración de cromo, mg/L



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## ANÁLISIS DE Cr MÉTODO COLORIMÉTRICO


**Código** : P-xxx  
**Revisión** : 2  
**Vigencia** : 03/02/2012  
**Página** : 4 de 4  
**Aprobado** : OP

### 7. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.

### 8. Control de cambio

<b>Versión</b>	<b>Resumen de los cambios</b>
1	Original.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de metales por absorción atómica de llama aire-acetileno (Calcio, cobre, plomo, níquel y cromo)</p>	<p><b>Código</b> : P-030 <b>Revisión</b> : 1 <b>Vigencia</b> : 12/10/09 <b>Página</b> : 1 de 6 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

## 1. Alcance y aplicaciones.

El efecto de los metales en aguas superficiales y aguas residuales pueden ser beneficiosos, problemáticos o incluso tóxicos. Algunos metales son esenciales para el crecimiento de plantas y fauna acuática mientras otros pueden afectar negativamente a los consumidores, los sistemas de tratamiento y cuerpos hídricos receptores. Los beneficios versus la toxicidad de algunos metales depende de su concentración en las aguas.

En esta técnica la muestra es aspirada hacia la llama donde se atomiza. Cada elemento tiene una longitud de onda específica donde absorbe energía, la cual puede ser cuantificada. La energía absorbida en la llama es directamente proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

Esta técnica es aplicable para la determinación de calcio, cromo, cobre, níquel y plomo en los siguientes rangos de concentración:


Elemento	Rango óptimo de concentración (mg/L)
Calcio	0,2-20
Cromo	0,2-10
Cobre	0,2-10
Níquel	0,3-10
Plomo	1-20

El método permite la determinación de estos elementos en solución en aguas superficiales y aguas residuales, previa digestión ácida cuando la turbidez es >1 NTU.

Este método corresponde a: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 3111B.

## 2. Materiales y equipo

- 2.1. Espectrofotómetro de absorción atómica de llama.
- 2.2. Lámparas de cátodo hueco (HCL) o lámparas de descarga sin electrodos (EDL) de calcio, cromo, cobre, níquel y plomo.
- 2.3. Cámara de extracción. La cámara debe ubicarse 15-30 cm sobre el quemador del espectrofotómetro para extraer los vapores generados por la llama.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de metales por absorción atómica de llama aire-acetileno (Calcio, cobre, plomo, níquel y cromo)</p>	<p><b>Código</b> : P-030 <b>Revisión</b> : 1 <b>Vigencia</b> : 12/10/09 <b>Página</b> : 2 de 6 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

2.4. Envases de plástico de polietileno o polipropileno o de vidrio.

### 3. Reactivos


- 3.1. Aire: Puede usarse un compresor o tanques presurizados. El aire debe estar limpio y seco pasando por un filtro para remover grasas, agua y otras sustancias.
- 3.2. Acetileno: Grado comercial. Para prevenir que la acetona presente en los tanques de acetileno entre y dañe el quemador, cambie el tanque cuando la presión llegue a 100 psi (689 KPa).
- 3.3. Agua libre de metales: Puede ser agua desionizada o destilada. Use esta agua para preparar reactivos, patrones y diluciones.
- 3.4. Solución de calcio: Disolver 630 mg de  $\text{CaCO}_3$  en 50 mL de 1+5 HCl. Hierva si es necesario para completar la disolución. Enfríe y afore a 1L con agua.
- 3.5. Ácido clorhídrico, HCl, 1%, 10%, 20% v/v, 1+5, 1+1 y concentrado.
- 3.6. Solución de lantánido: Disolver 58,65 g de  $\text{La}_2\text{O}_3$  en 250 mL de HCl concentrado. Añada el ácido lentamente hasta que se disuelva y afore a 1L con agua.
- 3.7. Peróxido de hidrógeno. 30%.
- 3.8. Ácido nítrico,  $\text{HNO}_3$ : Ultrapuro. 2% v/v, 1+1 y concentrado.
- 3.9. Patrones de trabajo: Prepare una serie de patrones de trabajo en el rango óptimo de concentración haciendo las diluciones apropiadas a partir de soluciones madre o una solución intermedia (100 ppm) con agua que contenga 1,5 mL  $\text{HNO}_3$  ultrapuro concentrado/L. Las soluciones madre para cada elemento se obtienen comercialmente.

### 4. Toma y preservación de muestras

Colectar las muestras en envases de polietileno o polipropileno de 1 L. Los envases deben lavarse cuidadosamente con detergente no iónico libre de metales, enjuagarse con agua del grifo, enjuagarse con ácido (1+1  $\text{HNO}_3$  ó 1+1 HCl) y por último, enjuagarse con agua desionizada o destilada.

La toma y preservación de las muestras podría causar errores por contaminación con el muestreador, los residuos de muestras previas en los envases y la pérdida de metales por adsorción o precipitación en el envase debido a una acidificación inadecuada.

- 4.1. Colecte muestras simples para aguas superficiales.
- 4.2. Para determinar metal total, preserve inmediatamente después de colectar la muestra acidificando con  $\text{HNO}_3$  concentrado ultrapuro a  $\text{pH} < 2$ . Para 1L de muestra,

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de metales por absorción atómica de llama aire-acetileno (Calcio, cobre, plomo, níquel y cromo)</p>	<p><b>Código</b> : P-030 <b>Revisión</b> : 1 <b>Vigencia</b> : 12/10/09 <b>Página</b> : 3 de 6 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

generalmente, 1.5 mL de ácido es suficiente. Puede verificar el pH de la muestra según el método 4500-H+ del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition. Para análisis de metales disueltos, filtrar la muestra antes de acidificar según el numeral 5.1.

4.3. Después de acidificar, almacene la muestra a 4°C por un tiempo máximo de 6 meses.


### 5. Preparación de la muestra.

- 5.1. Metales disueltos. Filtrar la muestra antes de acidificar con un dispositivo de filtración de plástico preacondicionado con 50 mL de agua desionizada. Pasar la muestra por un filtro de 0,4-0,45 micras de porosidad de policarbonato o acetato de celulosa.
- 5.2. Metales suspendidos. Filtrar la muestra, haga una digestión del filtro y del material sobre el filtro y analice. Registre el volumen filtrado.
- 5.3. Determinación de calcio. Diluya y mezcle 100 mL de muestra o patrón con 10 mL de solución de lantano antes de la aspiración.
- 5.4. Determinación de cromo. Mezcle 1 mL de 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> por cada 100 mL de muestra o patrón.
- 5.5. Muestras con turbiedad >1 NTU. Estas muestras requieren digestión según los métodos 3030 D-K del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Para reducir la interferencia de la materia orgánica y convertir los metales asociados a partículas a una forma que pueda determinarse por absorción atómica haga una digestión con HNO<sub>3</sub> o una combinación de ácidos, usando el método de digestión menos riguroso que dé una recuperación consistente. De requerirse, adicional al HNO<sub>3</sub>, use los siguientes ácidos para una digestión completa:

Ácido	Podría ser de ayuda en su análisis	No recomendado para su análisis
HCl	-	Pb
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-	Pb
HClO <sub>4</sub>	Materia orgánica	-
HF	Materia silíceas	-

\*Con relación a los 5 elementos dentro del alcance de este método



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de metales por absorción atómica de llama aire-acetileno (Calcio, cobre, plomo, níquel y cromo)</p>	<p><b>Código</b> : P-030  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 4 de 6  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

El volumen de muestra sujeto a digestión varía según la concentración estimada del metal. Use 1 L de muestra para concentraciones de <0,1 mg/L, use 100 mL para concentraciones de 0,1-10 mg/L y 10 mL para concentraciones de 10-100 mg/L.


Procure usar la menor cantidad de ácido posible. Siempre prepare blancos del ácido para cada tipo de digestión. Como alternativa a la digestión con ácido, puede usar la digestión por microondas.

## 6. Procedimiento

6.1. Operación del instrumento. La operación exacta del instrumento se describe en el Manual del usuario.

- a) Instale la lámpara del elemento que se vaya a leer y ajuste a la longitud de onda óptima para el elemento. Precaliente las lámparas HCL por 10-20 minutos hasta que se estabilice la energía. Las lámparas EDL no requieren tiempo de precalentamiento.
- b) Alinear las lámparas, el quemador y ajustar los flujos de aire y acetileno según las instrucciones del manual para obtener mayor sensibilidad para el metal bajo análisis.
- c) Dejar que la llama se estabilice por unos minutos.
- d) Aspire el blanco de agua desionizada, que debe tener la misma cantidad de ácido en las muestras y patrones. Ajuste el cero del instrumento.
- e) Aspire un patrón y ajuste el nebulizador para maximizar la sensibilidad y ajuste el quemador horizontal y verticalmente para obtener respuesta máxima. Una vez ajustados el nebulizador y el quemador para máxima sensibilidad, aspire el blanco nuevamente y ajuste el cero.
- f) Aspire un patrón de control con una concentración en el medio del rango lineal. Registre la absorbancia del patrón recién preparado y con lámpara HCL nueva. Esta absorbancia servirá de referencia para verificar la consistencia del instrumento, el desgaste de la lámpara y vigencia del patrón.

6.2. Curva de calibración. Prepare por lo menos 3 patrones de cada metal a ser analizado cuya concentración se encuentre en el rango óptimo o de linealidad, donde se espera que estén las concentraciones de los metales en las muestras. Aspire el blanco y ajuste el cero y luego aspire cada patrón. Si el instrumento no da lecturas de concentración directamente, grafique la absorbancia versus la concentración.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de metales por absorción atómica de llama aire-acetileno (Calcio, cobre, plomo, níquel y cromo)</p>	<p><b>Código</b> : P-030 <b>Revisión</b> : 1 <b>Vigencia</b> : 12/10/09 <b>Página</b> : 5 de 6 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

6.3. Análisis de las muestras. Aspire la muestra en el nebulizador y determine su concentración/absorbancia. Entre cada muestra, enjuague el nebulizador aspirando solución de 0,15 % HNO<sub>3</sub> (1,5 mL HNO<sub>3</sub>/L agua).

## 7. Controles

- 7.1. Blanco. Analizar un blanco entre cada muestra o patrón para verificar la estabilidad de la línea base. Ajustar el cero cuando sea necesario.
- 7.2. Fortificación y adición de patrón. Añada una cantidad conocida del metal objeto de análisis a 1 muestra de cada 10 para determinar la recuperación. Añada una cantidad de metal aproximadamente igual a la cantidad presente en la muestra. Si no se detecta presencia del metal objeto de análisis, añada una cantidad para una concentración en la parte media del rango lineal. La recuperación debe estar entre 85 y 115%. Si hay menos de diez muestras, fortifique mínimo una muestra.
- 7.3. Patrones de control. Analizar un patrón de control al inicio y al final de cada corrida y cada diez muestras o con cada grupo de muestras, lo que sea menor. El patrón debe tener una concentración en la parte media del rango lineal. La lectura debe estar dentro del 90 a 110% de la concentración del patrón.
- 7.4. Réplicas. Programe el software para un mínimo de 2 réplicas por muestra, blanco y patrones.

## 8. Cálculos

- 8.1. Registre la lectura del instrumento. Para trazas, reportar en microgramos por litro y para concentraciones mayores, reportar en miligramos por litro.
- 8.2. Si la muestra fue diluida, multiplique por el factor de dilución.
- 8.3. Si la muestra requirió digestión, reporte los resultados así:

$$\text{Concentración del metal (mg/L)} = A \times B/C$$

Donde:


A = concentración del metal en la solución digerida en mg/L

B = volumen final de la solución digerida en mL

C = volumen de la muestra en mL

## 9. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de metales por absorción atómica de llama aire-acetileno (Calcio, cobre, plomo, níquel y cromo)</p>	<p><b>Código</b> : P-030  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/10/09  <b>Página</b> : 6 de 6  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	---

Formulario FL – 050

Hoja de verificación para AAS de llama

### 9. Control de cambios

Versión	Resumen de los cambios
1	Original.

## 1. Alcance y aplicaciones.

Este método es apropiado para determinar mercurio en aguas superficiales y residuales. La referencia normalizada del método es: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 3112 B.

## 2. Materiales y equipo

- Espectrómetro de Absorción Atómica Zeeman RA 915+
- Aditamento de RP-91
- Límite de detección para líquido es 0.5 ng/L

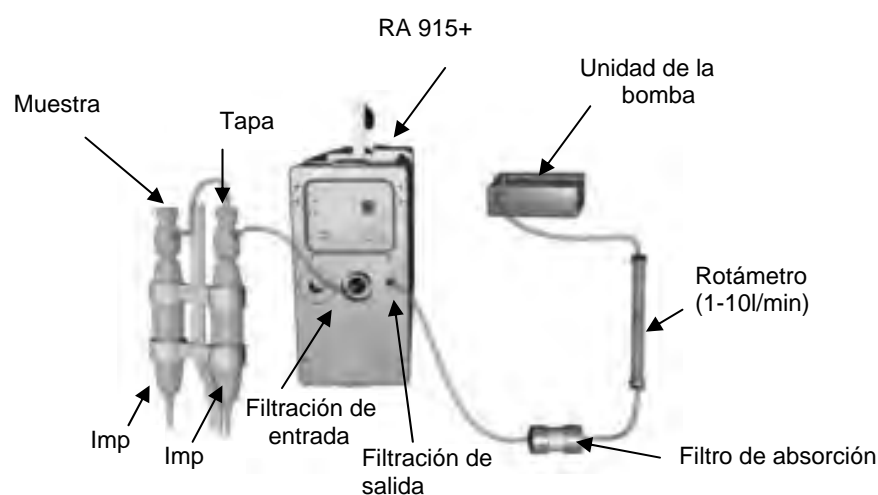


Figura 2.1 Apariencia del equipo

Nota : Cuando es posible, utilice cristalería exclusiva para el análisis de Hg. Evite el uso de cristalería previamente expuesta a altos niveles de Hg, como los utilizados en el análisis de DQO, NTK, o el análisis de Cl<sup>-</sup>.

## 3. Reactivos

- Agua libre de metal:* Ver sección 3111B.3c.
- Solución madre de mercurio:* Disuelva 0.1354g de cloruro de mercurio, HgCl<sub>2</sub>, en 70mL de agua, agregue 1mL HNO<sub>3</sub> conc. , y diluya a 100mL con agua; 1.00 mL = 1.00 mg Hg.
- Soluciones Estándar de Mercurio:* Prepare una serie de soluciones estándar de mercurio que contengan de 0 a 5µg/L con la solución apropiada de la solución madre de mercurio con agua y que contenga 10mL HNO<sub>3</sub> conc. Prepare las soluciones estándar diariamente.
- Solución de ion estañoso (Sn<sup>2+</sup>):* Use cloruro estañoso, para preparar esta solución que contenga aproximadamente 7.0g Sn<sup>2+</sup>/100mL.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>MERCURIO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON VAPOR- FRÍO</b></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 2 de 4  <b>Aprobado</b> : OP</p>
--	--	---

1) Disuelva 10g SnCl<sub>2</sub> en agua que contenga 20mL HCl conc y diluya hasta 100mL.

#### 4. Toma y preservación de muestras

Adiciona HNO<sub>3</sub> CONC. para ajustar pH a < 2 y preserve en refrigerador. Se recomienda realizar el análisis dentro de 28 días.

#### 5. Procedimiento

Verifique la posición de la llave antes de encender el equipo. Para el análisis de líquidos debe estar en la "Posición II - a través de una celda individual accesoria (compartimento auxiliar)".

**5.1** Vierta aproximadamente 10mL de SnCl<sub>2</sub> al tubo liberador de vapor frío de mercurio (impinger) #1. Encienda el aire y ajuste en una proporción del flujo a 2L/min. Permita que el aire fluya continuamente y espere aproximadamente 5 minutos.

Nota: Cuando encienda la bomba, no debe apagarla hasta que termine el análisis.

**5.2** *Preparación de equipo 1:* Presione *Ejecutar* en la Barra de Herramientas para Gráficos de la Pantalla de Análisis. La ventana de *Integración* aparecerá. Observe dos líneas que corren en la pantalla una línea es azul y la otra es roja. La línea roja es la línea de señal analítica. La línea azul es una señal de corriente fotomultiplicadora que se registra en el eje Y a la derecha de la pantalla. El valor correcto debe ser 15000 unidades de arb. o más. Al analizar las muestras con una alta concentración de mercurio o si hay interferencias, etc.; se podrá observar que la línea decae. Las muestras que ocasionan la "caída" por debajo de las 1000 unidades arb. son consideradas fuera del rango Zeeman de compensación de interferencia y deben volver a ser analizadas utilizando una muestra de menor tamaño.

**5.3** *Preparación de equipo 2:* Presione el botón de *Verificación de la Línea Base* situado bajo la Barra de Herramientas de Control. Espere aproximadamente 10 segundos y haga clic en el botón nuevamente para establecer la línea base.

#### 5.4 Análisis

- a) Análisis de blanco: Pulse el cursor en la ventana de la Tabla. Con ello se abre la Tabla de Análisis de Líquidos. Introduzca la información del sitio de prueba en la ventana en blanco situada en la parte superior. Pulse en el campo de Descripción y haga doble clic en el lado inferior izquierdo del ratón. Se abrirán las ventanas con los comandos "BLANK" y "STÁNDAR". Seleccione BLANK y pulse la tecla Tab. Escriba 1 en la columna V, mL y pulse la tecla Tab. Pulse "START" en la ventana de Integración y seguidamente, inyecte 1 mL de BLANK en el embudo de carga con llave de teflón, con una pipeta de volumen ajustable con puntas desechables. (Introducir hacia abajo la muestra directamente hacia el interior del embudo). Espere aproximadamente unos 50-60 segundos y luego pulse Finalizar. Los datos adquiridos (superficie, altura, tiempo) se introducirán en la tabla de forma automática.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>MERCURIO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON VAPOR- FRÍO</b></p>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 3 de 4  <b>Aprobado</b> : OP</p>
--	--	---

- b) *Análisis de estándar:* Haga doble clic en el campo de Descripción para la entrada número 2. Seleccione Estándar, y el cursor aparecerá después de **Std\_\_** en este punto, digite la concentración estándar en partes por billón (ppb) o partes por trillón (ppt). Ingrese el volumen del estándar en mililitros introducido para obtener el punto de calibración (por lo general hacemos una calibración de tres puntos con aproximadamente 0.5, 1.0, 2.0 ml) en la columna V, mL y pulse la tecla Tab. Pulse el botón “Start” (Inicio) en la ventana de integración. Introduzca el estándar en el embudo de carga con llave de teflón con una pipeta de volumen ajustable con puntas desechables. Haga clic en el botón Finalizar en la ventana de integración cuando la señal vuelve a la línea de base (después de unos 45-60 segundos). Usted puede controlar (con mucho más precisión) el valor de la señal en la ventana de Control de Valor.
- c) *Análisis de la muestra:* Seleccione el botón de Tabla en la Barra de Herramientas del Programa o coloque el cursor en la pantalla de la Tabla. Presione el campo “Descripción” e ingrese la identificación de la muestra. Luego ingrese el volumen de la muestra (usualmente 1mL o más si se requiere más exactitud) en mL en el campo de V, mL. Registre en mililitros el volumen de la muestra en el campo para V, mL en la columna de la Tabla. Presione la tecla Tab. Oprima el botón de *Inicio* (Start) en la ventana de integración y pipetee 1 mL de la muestra en el embudo de carga con llave de teflón. Espere la señal para retornar a la línea base o de 60 a 90 segundos. Luego presione el botón de *Finalizar* (End) en la ventana de integración. Luego se puede exportar la información a una tabla de Microsoft Excel presionando el botón de *Exportar a Excel* localizado en la Barra de Herramientas de Archivo.

## 6. Cálculos

- 6.1 Registre la lectura del instrumento. Para trazas, reportar en microgramos por litro y para concentraciones mayores, reportar en miligramos por litro.
- 6.2 Si la muestra fue diluida, multiplique por el factor de dilución.
- 6.3 Si la muestra requirió digestión, reporte los resultados así:

$$\text{Concentración del metal (mg/L)} = A \times B/C$$

Donde:

A = concentración del metal en la solución digerida en mg/L

B = volumen final de la solución digerida en mL

C = volumen de la muestra en mL

Determinar la altura máxima de la muestra de la tarjeta de registro y leer el valor de mercurio de la curva estándar según lo dispuesto en ¶4b.

## 7. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## MERCURIO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON VAPOR- FRÍO


**Código** : P-xxx  
**Revisión** : 2  
**Vigencia** : 30/01/2012  
**Página** : 4 de 4  
**Aprobado** : OP

### 8. Control de cambio

<b>Versión</b>	<b>Resumen de los cambios</b>
1	Original.

## **Capítulo 4      Procedimiento del Trabajo en el Laboratorio**



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>El Lavado y Guardado de los Utensilio de Vidrio del Laboratorio</p>	<p><b>Código</b> :  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/9/11  <b>Página</b> : 1 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

## 1. Alcance y aplicaciones.


El uso de utensilios de vidrio de laboratorio tiene que ser debidamente lavados para el análisis químico. Los resultados de los análisis de laboratorio pueden resultar incorrectos si se utiliza instrumento no tratada debidamente en su lavado. Aun cuando la preparación, tratamiento previo y medición de los reactivos se aplica correctamente, los resultados del análisis resultarían incorrectos si se ha utilizado instrumento que no fue debidamente lavada.

Adicionalmente, aun cuando la instrumento de laboratorio haya sido lavada y/o esterilizada debidamente, podría aun estar contaminada si hubiese sido guardada inapropiadamente.

En muchos países, los y las analistas solicitan con frecuencia a otros miembros del personal que lave y/o esterilice los utensilios de vidrio del laboratorio. En caso de que los datos obtenidos no fuesen adecuados debido a un tratamiento de lavado indebido, ese analista debe hacerse responsable de la situación. Es de suma importancia recordar que el primer paso para un análisis químico es el debido lavado y/o esterilizado de los utensilios de vidrio de laboratorio.

## 2. Los Métodos para el Lavado y/o Esterilizado de los Utensilios de Vidrio de Laboratorio.

Algunos utensilios de vidrio de laboratorio pueden estar adecuadamente limpios utilizando agua exclusivamente, mientras que otros pudiesen requerir el uso de métodos más completos. El primer punto a recordar es el de lavar los utensilio de vidrio de laboratorio inmediatamente después de su uso, dado a que la superficie de vidrio puede adsorber material contaminante si se dejase sin lavar por períodos largos de tiempo haciendo la labor de limpieza y /o esterilizado bastante difícil de lograr. Los métodos de lavado y limpieza de los instrumentos de vidrio de laboratorio varían según los químicos que hayan sido utilizados:

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>El Lavado y Guardado de los Utensilio de Vidrio del Laboratorio</h3>	<p><b>Código</b> :  <b>Revisión</b> : 1  <b>Vigencia</b> : 12/9/11  <b>Página</b> : 2 de 3  <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	---	--


**2.1** Los utensilios de vidrio de laboratorio utilizados para agentes solubles en agua pueden ser tratados lavándoles con agua de cuatro a cinco (4-5) veces, utilizando un cepillo o una esponja. Si la superficie está manchada por material aceitoso, se debe utilizar detergente para limpiarla.

**2.2** Los utensilios de vidrio de laboratorio utilizados para reactivos no polar, muestras, o materiales viscosos deben ser lavados utilizando un detergente <sup>1</sup> y una esponja o cepillo que embone a la forma y tamaño del instrumento. Una vez el detergente ha sido aplicado, el utensilio de vidrio debe ser lavado con agua. Se debe utilizar agua tibia para remover el detergente con mayor rapidez. Si el utensilio de vidrio estuviese muy sucio, debe dejarlo en remojo en el detergente por una noche <sup>2</sup>, y entonces lavarlo con un cepillo y enjuagarlo con agua. Si se cepilla muy vigorosamente, se puede hacer daño a la superficie del instrumento de vidrio. Una vez se haya cumplido con el remojo del instrumento de vidrio, se puede utilizar un limpiador ultrasónico si se desea.

<sup>1</sup> Se debe utilizar detergente para laboratorios y debe ser manipulado con cuidado. Se puede utilizar un detergente de uso doméstico, pero debe seleccionarse uno que no contenga fósforo, ya que este puede ocasionar la eutrofización de ríos, lagos, y el océano. Se debe enjuagar/lavar extensamente los detergentes domésticos ya que estos pueden contener aditivos como el perfume.

<sup>2</sup> Para remover material metálico, los instrumentos de vidrio de laboratorio deben remojarse en ácido nítrico diluido o en ácido clorhídrico. En el pasado, la mezcla de ácido de crómico en el cual el bicromato de potasio era diluido en un concentrado de ácido sulfúrico se utilizaba debido a sus propiedades para purificar y limpiar; pero esta mezcla contamina el ambiente y no se debe utilizar.

**2.3** Es importante enjuagar la superficie interior del instrumento con agua purificada después del enjuague para remover así cualquier partícula de sal contenida en el agua utilizada, especialmente la alta concentración en agua dura o cruda.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>El Lavado y Guardado de los Utensilio de Vidrio del Laboratorio</p>	<p><b>Código</b> : <b>Revisión</b> : 1 <b>Vigencia</b> : 12/9/11 <b>Página</b> : 3 de 3 <b>Aprobado</b> : AF</p>
---	--	--

### 3. El Secado de los Instrumentos de Vidrio de Laboratorio

Los instrumentos de vidrio de laboratorio se pueden secar ya sea a temperatura ambiente o en el horno. En cualquiera de los casos, el instrumento debe ser debidamente protegido del polvo en el área (ej., utilizando un lugar seco para almacenamiento). Si se utiliza un horno, se debe utilizar un horno para el secado de los instrumentos de vidrio ya adecuadamente lavados y otro diferente para el secado de muestras. No se debe utilizar el horno para ningún instrumento volumétrico de vidrio tales como pipeta y los frascos o matraces volumétricas dado a que estos se expanden y no darán una medida correcta si son calentados.

### 4. El Almacenamiento de los Instrumentos de Vidrio de Laboratorio

Es de suma importancia guardar los instrumentos de vidrio de laboratorio en un gabinete cerrado. De otra forma, los instrumentos de vidrio de laboratorio deben ser colocados boca abajo, mínimamente en un tablillero con puertas, o con algún otro tipo de cobertura (si se colocase en un lugar al descubierto, se debe utilizar papel de aluminio para cubrirlos). De cualquier forma, los instrumentos de vidrio de laboratorio deben ser lavados previamente y antes de su uso, dado a que se pueden contaminar con el tiempo.



## Apéndice 3.2 El plan de monitoreo de la calidad del agua



## **Monitoreo de la calidad del agua en la cuenca del río La Villa**

1. Condición general
  - 1-1. Población
  - 1-2. Agricultura (Porquerizas, empresa, vertederos, Mataderos)
  - 1-3. Uso del suelo
  
2. Monitoreo de la calidad del agua
  - 2-1. Muestreo: Ubicación, Frecuencia, Parámetro
  - 2-2. La calidad del agua: Mapas (ICA), gráfica (cada parámetro)
  
3. Fuente de la Polución
  - 3-1. Evaluación de la calidad del agua
  - 3-2. Fuente de la polución
  
4. La calidad del agua en el futuro
  - 4-1. La población se incrementará en Chitré y disminuye en otro lugar
  - 4-2. Actividades de industriales
  
5. Plan de acción
  - 5-1. Río
    - 5-1-1. Número de estación para monitoreo
    - 5-1-2. Frecuencia de muestreo
    - 5-1-3. Parámetros para análisis
  
  - 5-2. Actividades en la mina

1. Condición general  
 1-1. Población

Tabla 1.1.1 Población y Área de Corregimientos

CUENCA	PROVINCIA	DISTRITO	CORREGIMIENTOS	Hectáreas	Población (2000)	Población (2010)
Río La Villa	Herrera	Chitré	SAN JUAN BAUTISTA	827	10,645	
Río La Villa	Herrera	Chitré	MONAGRILLO	1,004	8,542	
Río La Villa	Herrera	Chitré	LLANO BONITO	1,093	8,088	
Río La Villa	Herrera	Chitré	LA ARENA	1,204	6,390	
Río La Villa	Herrera	Chitré	CHITRÉ	1,302	7,756	
Río La Villa	Herrera	Pesé	EL BARRERO	1,729	1,457	
Río La Villa	Herrera	Pesé	RINCÓN HONDO	3,007	1,484	
Río La Villa	Herrera	Pesé	LAS CABRAS	5,388	1,332	
Río La Villa	Herrera	Pesé	SABANAGRANDE	3,607	845	
Río La Villa	Herrera	Pesé	PESÉ (CAB.)	210	2,547	
Río La Villa	Herrera	Los pozos	LOS CERRITOS	3,164	1,010	
Río La Villa	Herrera	Los pozos	LOS POZOS (CAB.)	5,897	2,268	
Río La Villa	Herrera	Los pozos	EL CALABACITO	3,414	692	
Río La Villa	Herrera	Los pozos	LA ARENA	2,399	533	
Río La Villa	Herrera	Los pozos	LA PITALOZA	11,118	1,235	
Río La Villa	Herrera	Los pozos	EL CEDRO	3,443	539	
Río La Villa	Herrera	Los pozos	CAPURÍ	1,828	450	
Río La Villa	Herrera	Los pozos	LOS CERROS DE PAJA	3,737	877	
Río La Villa	Herrera	Las Minas	LAS MINAS (CAB.)	4,365	2,118	
Río La Villa	Herrera	Las Minas	QUEBRADA DEL ROSARIO	4,580	1,847	
Río La Villa	Herrera	Las Minas	CHEPO	3,640	586	
Río La Villa	Herrera	Las Minas	LEONES	1,894	208	
Río La Villa	Herrera	Las Minas	QUEBRADA EL CIPRIAN	4,219		
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	LAS CRUCES	447	3	
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	VILLA LOURDES	1,557	373	
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	LAS GUABAS	2,173	466	
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	EL GUÁSIMO	3,080	782	
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	LA COLORADA	2,080	1,010	
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	LA VILLA DE LOS SANTOS	7,266	7,194	
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	LLANO LARGO	1,016	2,003	
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	TRES QUEBRADAS	2		
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	LA ESPIGADILLA	296		
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	LOS OLIVOS	2,695	1,149	
Río La Villa	Los Santos	Los Santos	SANTA ANA	3,919	720	
Río La Villa	Los Santos	Las Tablas	BAYANO	282	48	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	BAJOS DE GÜERA	267		
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	LLANO DE PIEDRA	7,824	1,760	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	MOGOLLON	2,729	115	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	LA MESA	4,593	637	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	LAS PALMAS	4,175	473	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	ESPINO AMARILLO	2,150	116	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	BAHÍA HONDA	731	40	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	COROZAL	1,121	72	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	EL CEDRO	2,780	489	



Río La Villa	Los Santos	Macaracas	MACARACAS (CAB.)	3,520	2,706	
Río La Villa	Los Santos	Macaracas	CHUPÁ	1,784	564	
Río La Villa	Veraguas	Montijo	QUEBRO	41		
Total				129,597	82,169	
Herrera (provincia total)				2,363,000	102,465	109,955
Los Santos (provincia total)				3,805,000	83,495	89,592
Panamá				74,768,000	2,839,177	3,405,813

1-2. Agricultura (Porquerizas, empresa, vertederos, Mataderos)

Tabla 1.2.1 Producción de Agricultura

Producto	Unidad	Herrera	Los Santos	Total	Panamá	Porcentaje de la producción en Panamá
		a	b	c=a+b	d	e=c/d*100
Arroz	q	177,772	533,546	711,318	6,623,791	11
Maíz	q	258,915	1,024,976	1,283,891	1,657,630	77
Poroto	q	3,400	115	3,515	76,394	5
Frijol	q	110	678	788	55,043	1
Ñame	q	229,460	11,364	240,824	875,236	28
Yuca	q	68,430	869	69,299	502,547	14
Pina	q	1,489	3,120	4,609	1,936,705	0
Zapallo	q	139,121	121,330	260,451	471,061	55
Ganado vacuno	nos	131,200	261,700	392,900	1,526,200	26
Ganado Porcino	nos	33,000	78,800	111,800	325,200	34
Gallinas	nos	303,200	622,900	926,100	15,141,000	6

Tabla 1.2.2 Porquerizas

No	Nombre de Proyecto	Representante Legal	Distrito	Corregimiento	Superficie	Coordenadas		Cantidad	Nota
					Dato 22/06 (ha)	Dato 22/06/2011			
P-1	Molina		Pesé	Cabecera		0542834	0875294		
P-2	CAISA, S.A.	Dr. Jorge Arango	Pesé	Cabecera	1.50	0546929	0871479	6,000	
P-3	Hacienda La Montunita	Dr. Jorge Arango	Chitré	Llano Bonito	2.30	0565830	0883007	1,600	
P-4	Porcina Macano	Héctor Castro	Macaraca	Llano de piedra	1.50	0548437	0845826	30,000	Pollo
P-5	Porcinocultura La Esperanza	Silverio Moleno	Macaraca	Llano de piedra	2.00	0549265	0853813	500	
P-6	Hacienda Paja Verde1	Vilgirió Samaniego	Macaraca	Llano de piedra	6.00	0549961	0851575	350	
P-7	Hacienda Paja Verde2	Vilgirió Samaniego	Macaraca	Llano de piedra		0549970	0851796	700	
P-8	Hacienda Paja Verde3	Vilgirió Samaniego	Macaraca	Llano de piedra		0550004	0851905	1,200	
P-9	Porcinalanda	Orlando de Gracia	Macaraca	Llano de piedra	1.50	0548413	0846110	7,000	
P-10	La fe	Orlando de Gracia	Macaraca	El Faldar	3.00	0550120	0852190	5,800	
P-11	Luis Martínez	Luis Martínez	Macaraca	Macaraca		0549018	0852941	300	
P-12	Porcina San Antonio1	Franklin Bustamante	Macaraca	Bombacho	1.00	0544424	0842006	1,200	
P-13	Porcina San Antonio2	Franklin Bustamante	Macaraca	Bombacho	4.00	0544763	0842040	5,500	
P-14	La seiva	Albino Muñoz	Macaraca	Llano de piedra	0.50	0548883	0846715	230	
P-15	Reyes	Pedro Vidal	Macaraca	La Mesa	0.25	0547782	0847038	260	
P-16	El Atillo	Heleodoro Vásquez	Macaraca	Macaraca	1.50	0550137	0855067	170	
P-17	Porcino ceba y cría	David Enrique Bustamante	Macaraca	Bombacho	3.00	0545905	0843329	200	

Tabla 1.2.3 Empresas

No	NOMBRE	Superficie (ha)	DISTRITO	CORREGIMIENTO	COORDENADAS UTM	
E-1	Alcoholes del Istmo, S.A.	18.7	Pesé	Las Cabras	0550946	0870446
E-2	Varela Hermano, S.A.	100.00	Pesé	Pesé Cabecera	0544142	0873332
E-3	Quesería Joselito	0.03	Chitré	La Arena	0559108	0880566
E-4	Quesería Domitila	0.07	Chitré	Monagrillo	0562260	0882459
E-5	Quesería Dalis	0.05	Chitré	Llano Bonito	0563250	0881380
E-6	Empresa Moreno	1.00	Chitré	Llano Bonito	0563982	0882049

Tabla 1.2.4 Vertederos

No	NOMBRE	ACTIVIDAD	DISTRITO	CORREGIMIENTO	POBLADO	COORDENADAS UTM	
V-1	Municipio de Las Minas	Vertedero	Las Minas	Cabecera	Las Minas	N0528683	W0861809
V-2	Municipio de Los Pozos	Vertedero	Los Pozos	Cabecera	Altos de Buena Vista	N0541309	W0860378
V-3	Municipio de Pesé	Vertedero	Pesé	Cabecera	Pesé	N0541624	W0874354
V-4	Municipio de Chitré	Vertedero	Chitré	Llano Bonito	Vía El Agallito	N0565410	W0882412

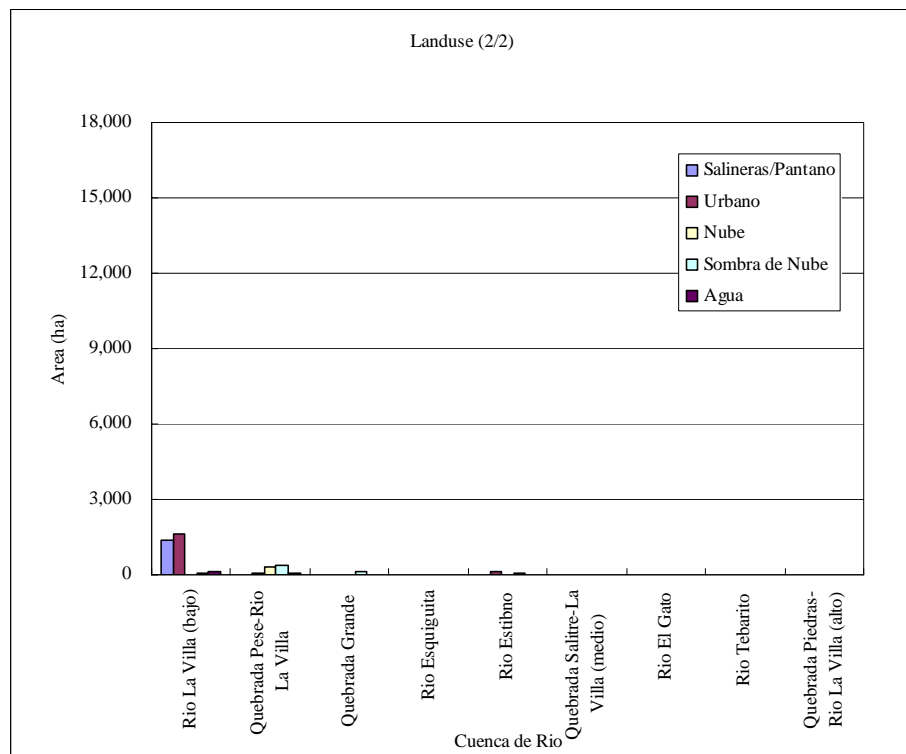
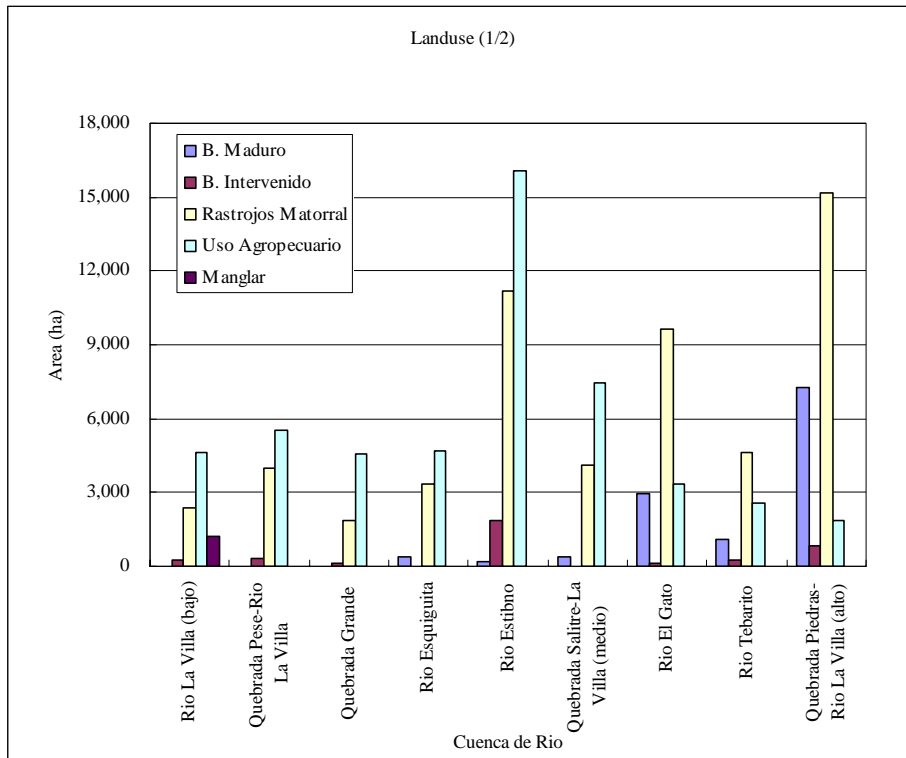
Tabla 1.2.5 Mataderos

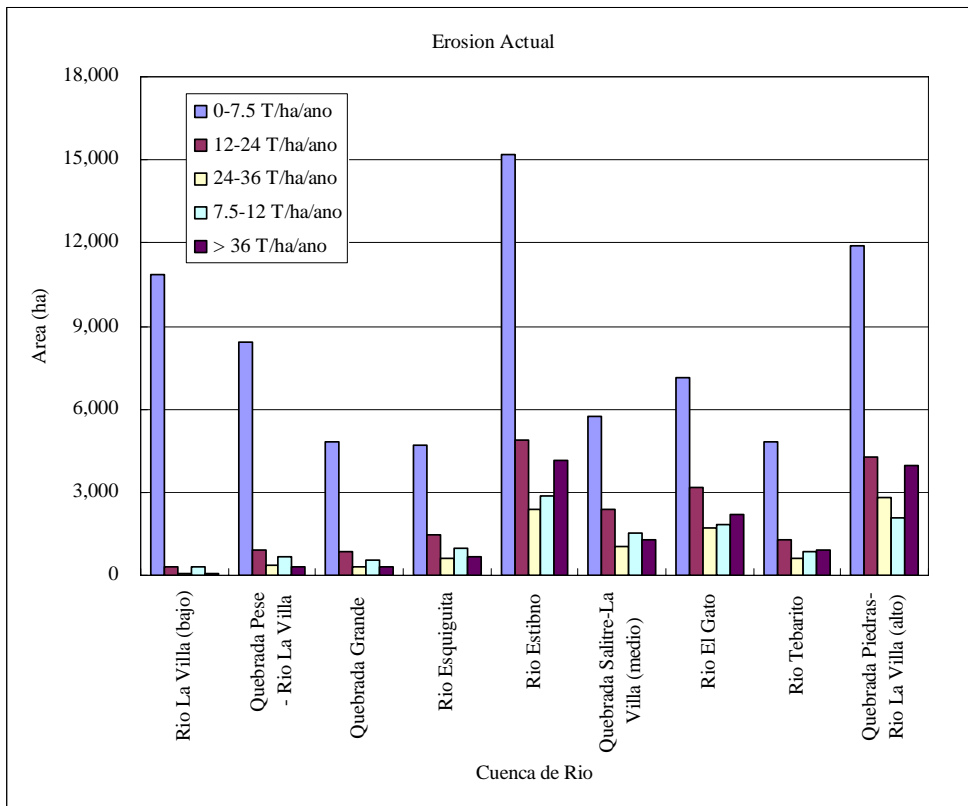
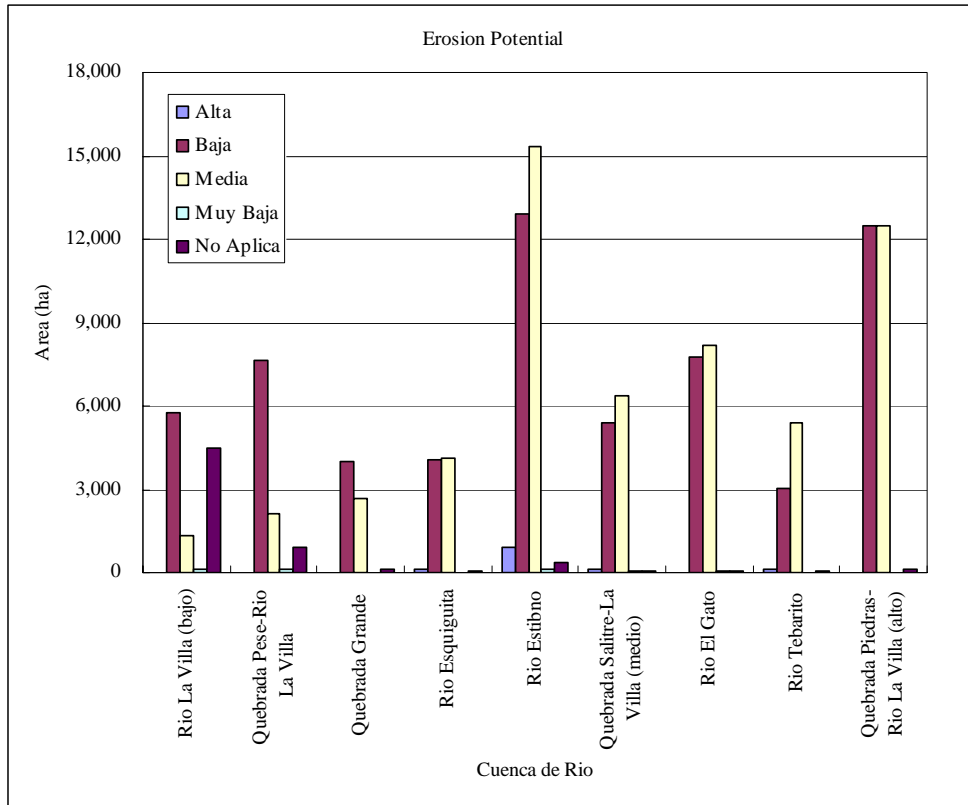
No	NOMBRE	ACTIVIDAD	DISTRITO	CORREGIMIENTO	POBLADO	COORDENADAS UTM	
M-1	Municipio de Las Minas	Matadero	Las Minas	Cabecera	Las Minas	N0528854	W0861388
M-2	Municipio de Los Pozos	Matadero	Los Pozos	Cabecera	Los Pozos	N0538408	W0861249
M-3	Municipio de Pesé	Matadero	Pesé	Cabecera	Pesé	N0541868	W0874513
M-4	Municipio de Chitré	Matadero	Chitré	Llano Bonito	Bda. El Rosario	N0564361	W0881425
M-5	Municipio de Macaraca	Matadero	Macaraca	Macaraca	Macaraca	N0549081	W0852234

1-3. Uso del suelo

Agricultura: Aspectos de los datos de subcuena.

La pendiente de Terreno: Aspecto de de los datos de subcuena.





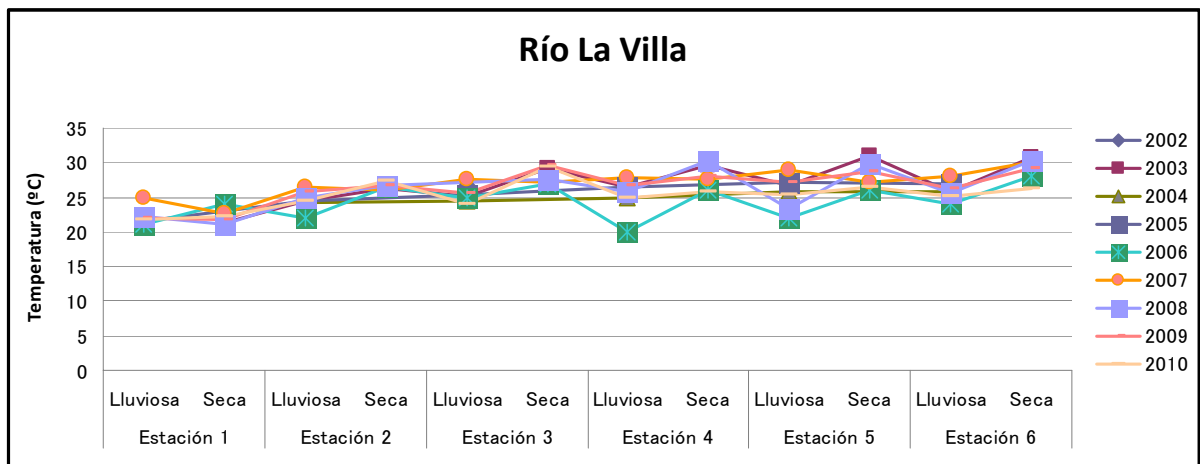
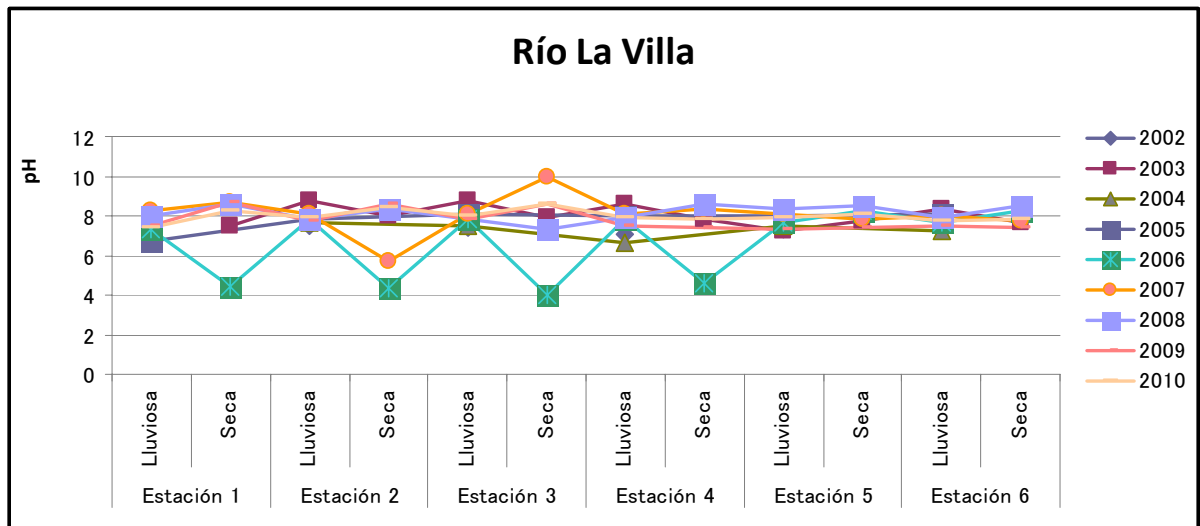
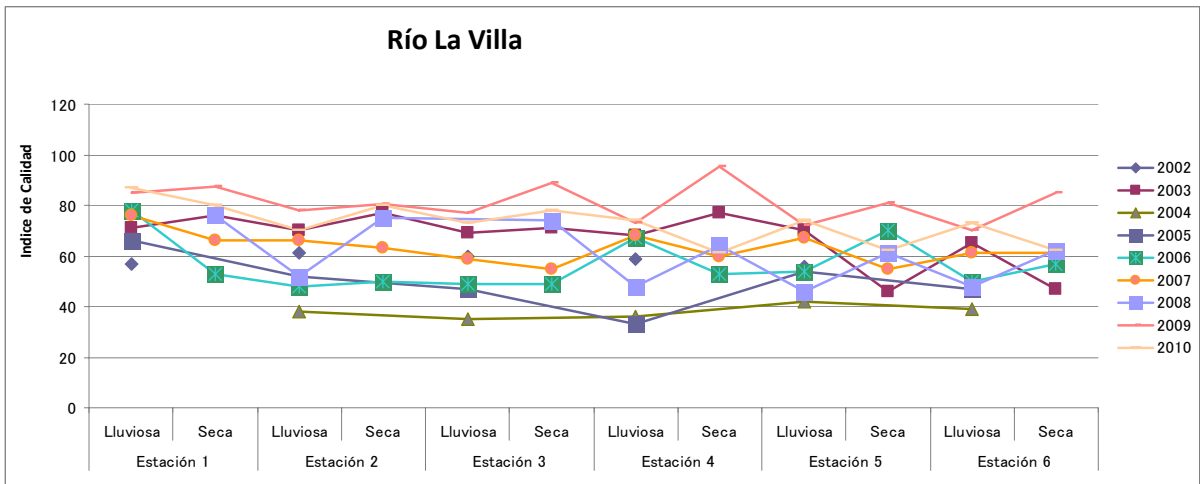
2. Monitoreo de la calidad del agua

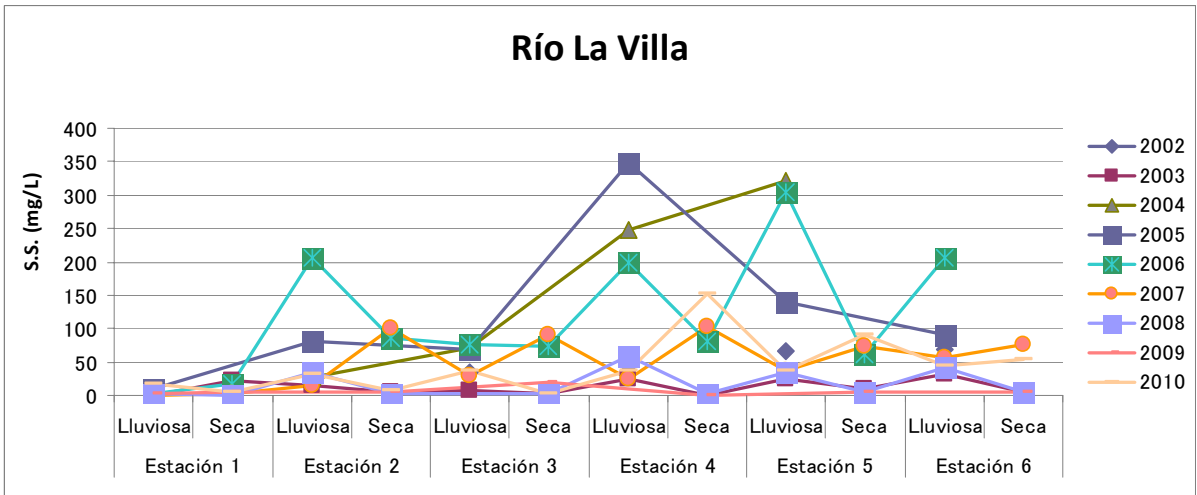
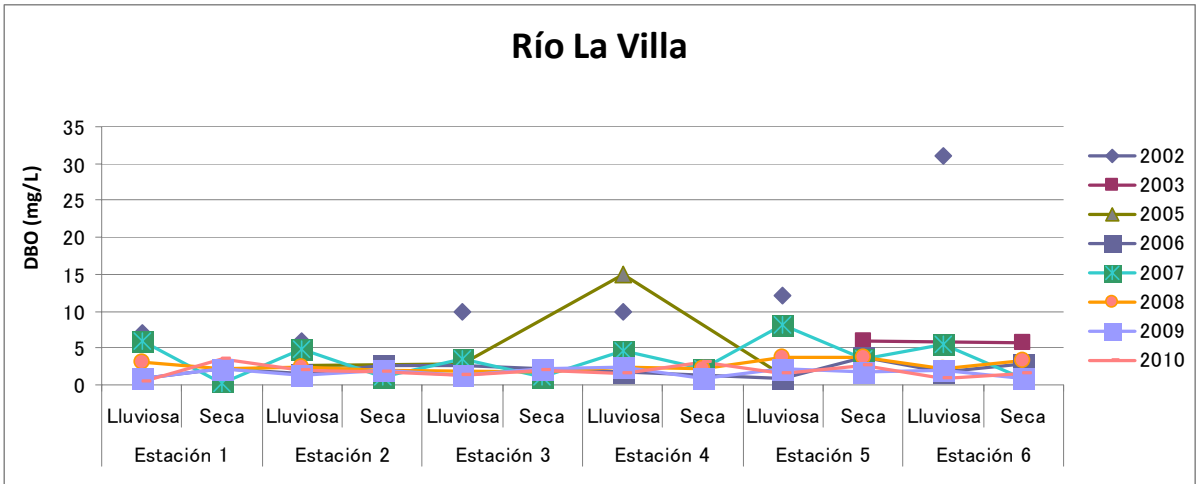
2-1. Muestreo: Ubicación, Frecuencia, Parámetros

Tabla 2.1.1 Estaciones del Monitoreo en la cuenca del Río La Villa

Estación	Río	Cuenca de Río	Lugar	Coordenado
Estación 1	La Villa	Qda. Piedras Río La Villa Alto	Vivero tres puntas	085 4681 N / 052 1957 E
Estación 2	La Villa	Qda. Salitre La Villa Medi	Taguara	0855 001 N / 054 8771 E
Estación 3	La Villa	Río Esquiguita & Qda. Salitre La Villa Medi	Atalayita	0866 603 N / 054 6228 E
Estación 4	La Villa	Qda. Pesé-Río La Villa	Los Olivos	087 8109 N / 055 8862 E
Estación 5	La Villa	Río La Villa	Puente río La Villa	087 7490 N / 056 3635 E
Estación 6	La Villa	Río La Villa	Aguas debajo de NESTLE	087 9525 N / 056 5591 E
Estación 1	Esquiguita	Río Esquiguita	El Cruce	086 7657 N / 054 2774 E
Estación 1	El Gato	Río el Gato	El Capurí	085 4859 N / 053 9758 E
Estación 1	Qda. Pesé	Qda. Pesé-Río La Villa	Las Cabras	087 2281 N / 055 0663 E
Estación 1	Estibaná	Río Estibaná	Llano de Piedra	084 6187 N / 054 8947 E
Estación 2	Estibaná	Río Estibaná	Puente antes de Macaracas	085 6137 N / 055 1673 E
Estación 3	Estibaná	Río Estibaná	San Luis	086 6459 N / 055 2488 E
Estación 1	Qda. Las Trancas	Río el Gato	Las Minas	086 0110 N / 052 7283 E
Estación 1	Qda. Piedra	Qda. Piedras Río La Villa Alto	La Pitaloza	084 4347 N / 053 5376 E

2-2. La calidad del agua: Mapas(ICA), gráfico (cada parámetros)







### 3. Fuente de la Polución

#### 3-1. Evaluación de la calidad del agua

#### 3-2. Fuente de la polución

##### 1) Doméstico

En la cuenca del río La Villa está recibiendo aguas residuales sin tratamiento. Por lo tanto, un aumento de la población, recibirá directamente impacto a la calidad del agua del río.

Solamente Chitré y Los Santos están aumentando la población. Según ANAM, se calcula que continuará aumento sobre población de Herrera y Los Santos. Por otro lado, disminuirá resto de dicho corregimiento. Pero, población de la provincia cambiará significativamente. Sin embargo, la población de la provincia será cambiado significativo.

Provincia	Distrito	Cambio desde 2000 a 2010 (%)
Herrera	Chitré	19.3
	Las Minas	-5.0
	Los Pozos	-4.5
	Pesé	-0.6
Los Santos	Los Santos	8.0
	Macaracas	-1.3

##### 2) Industriales

Según informe de ANAM, los siguientes industriales han registrado en Herrera y los Santos, sobre la cuenca del río La Villa.

##### 3) Ganado

Según los datos de ANAM, las siguientes porquerizas han registrado en Herrera y Los Santos sobre la cuenca del río La Villa.

4. La calidad del agua en el futuro

4-1. La población se incrementará en Chitré y se disminuirá en otro lugar.

La población de la cuenca del río La Villa se puede calcular los siguientes:

Incremento: Chitré

Disminución: Los demás corregimiento

4-2. Actividades de industriales

Nningún cambio significativo.

5. Plan de acción

5-1. Río

5-1-1. Número de estación para monitoreo

Corriente principal del río la Villa: existen 6 estaciones

Tributarios: existen 8 estaciones

5-1-2. Frecuencia de muestreo

2 veces por año

5-1-3. Parámetros para análisis

23 parámetros (ST, SD, SS, DQO, DBO, NT,  $\text{NO}_3^-$ -N,  $\text{NO}_2^-$ -N,  $\text{NH}_3^+$ -N, FT,  $\text{PO}_4^{3-}$ , Coliforme Total, Coliforme Fecal, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, CN<sup>-</sup>,  $\text{SO}_4^{2-}$ , Detergente, Aceite y Grasa, Hidrocarburo Total, Cr<sup>6+</sup>, Hg

5-2. Actividades en la mina

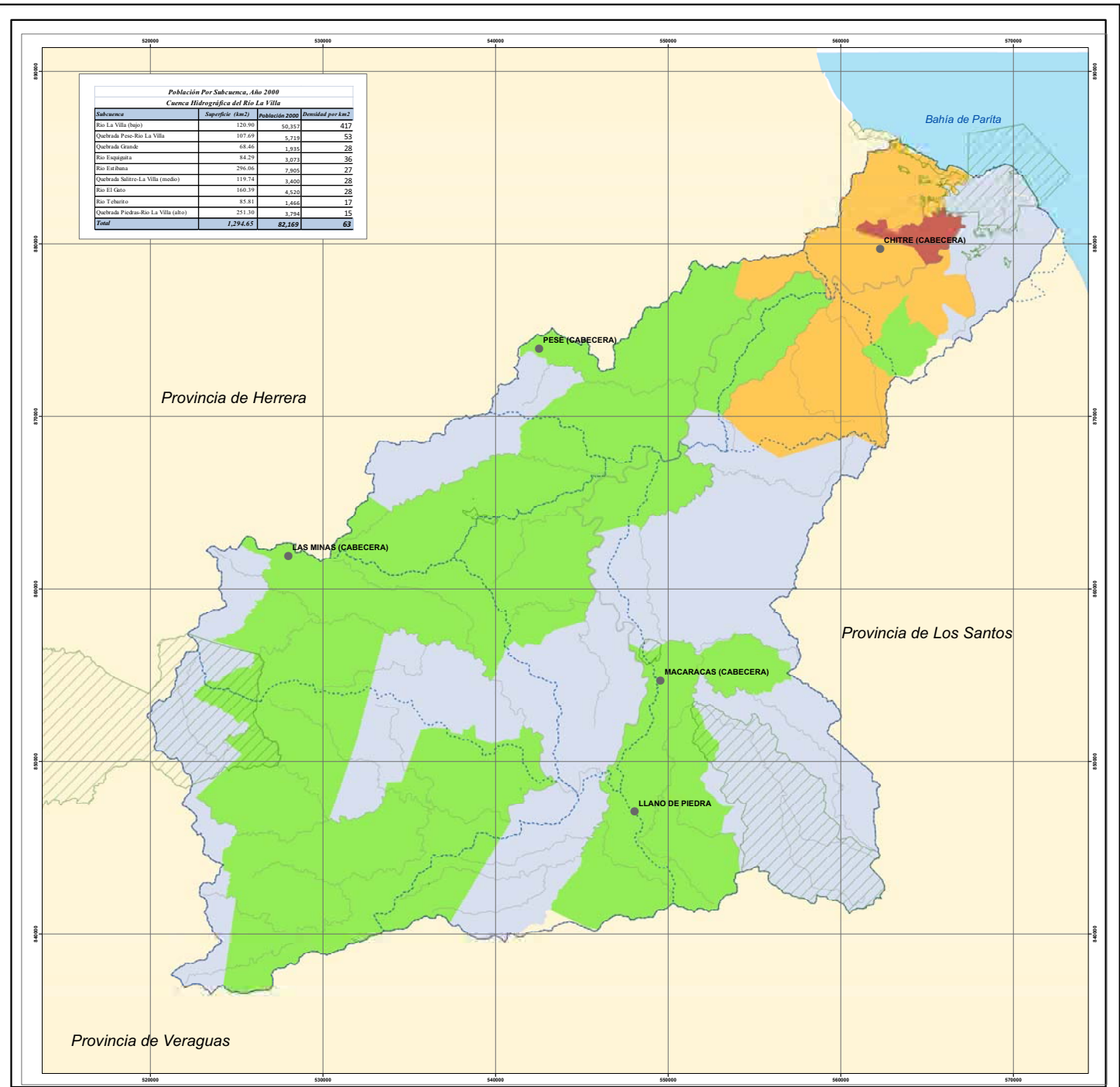
Si se confirman las actividades minera, realizará los siguientes monitoreo.

Frecuente monitoreo: Una vez por mes

Parámetros de análisis: los parámetros esperados de las actividades mineras

Si las aguas residuales de las actividades mineras se observa de forma continua dentro del nivel permitido, la frecuencia de muestreo se reducirá a una vez por cada tres meses.

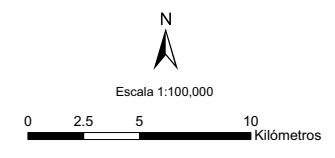
Población Por Subcuenca, Año 2000			
Cuenca Hidrográfica del Río La Villa			
Subcuenca	Superficie (km <sup>2</sup> )	Población 2000	Densidad por km <sup>2</sup>
Río La Villa (bajo)	120.90	50,357	417
Quebrada Pece-Río La Villa	107.65	5,749	53
Quebrada Grande	48.40	1,935	28
Río Esquiviana	54.25	3,075	36
Río Estibana	296.06	7,305	27
Quebrada Salitre-La Villa (medio)	119.74	3,400	28
Río El Gato	160.59	4,520	28
Río Tcharico	35.81	1,465	17
Quebrada Piedra-Río La Villa (alto)	231.30	3,794	15
<b>Total</b>	<b>1,294.65</b>	<b>82,169</b>	<b>63</b>



**Distribución de la Población por Corregimiento, Cuenca Hidrográfica del Río La Villa, Año 2000**

**Legenda**

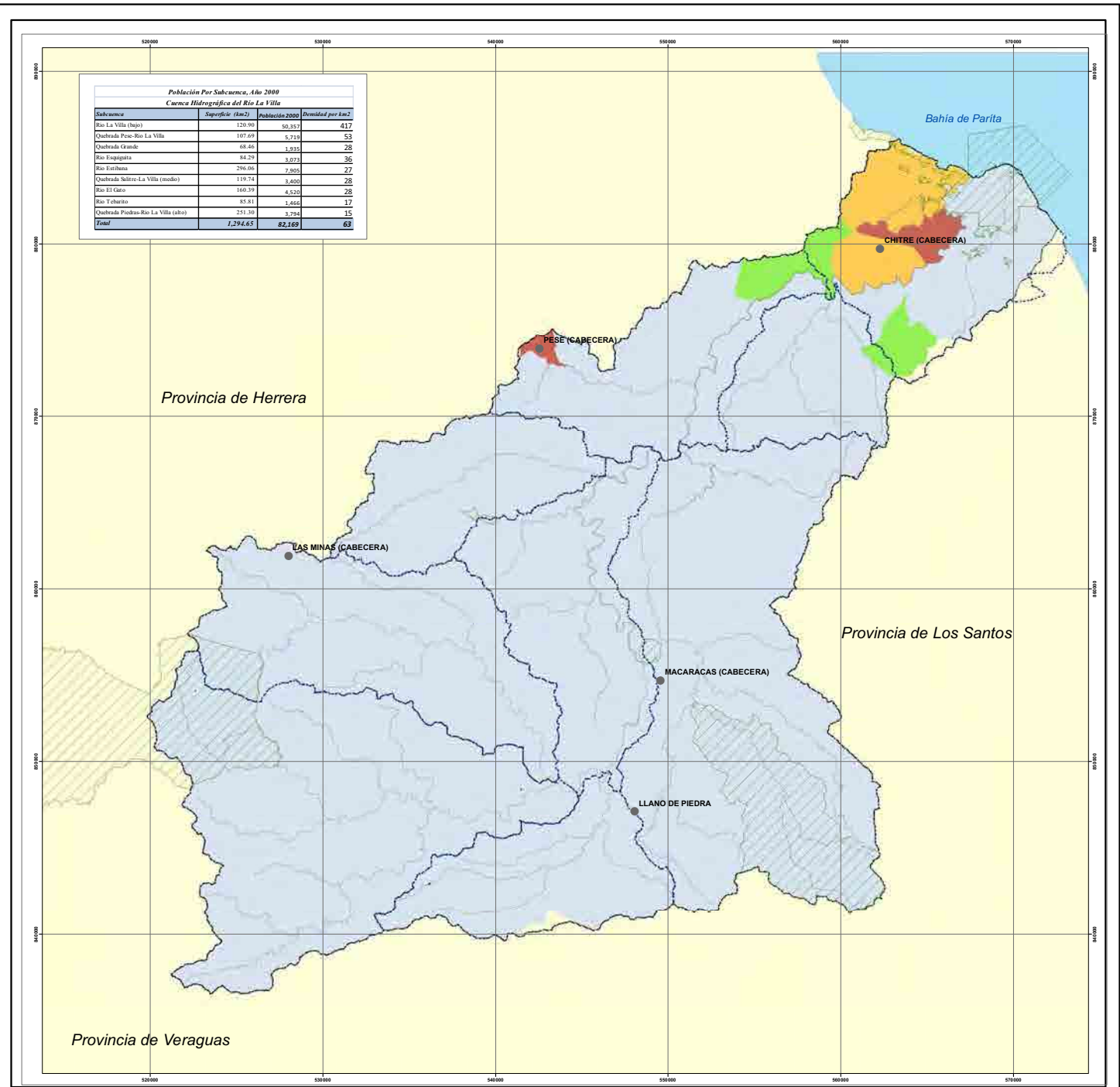
- |                                   |                      |
|-----------------------------------|----------------------|
| <b>Población de Corregimiento</b> | <b>Simbología</b>    |
| 1- 1000                           | Poblados principales |
| 1001 - 5000                       | Ríos                 |
| 5001 - 10000                      | Áreas protegidas     |
| 10001 - 20000                     | Límite de subcuencas |
|                                   | Límite de la Cuenca  |
|                                   | Provincias           |



GOBIERNO NACIONAL  
 autoridad nacional del ambiente  
 Proyección Universal Transversal de Mercator  
 Zona 17  
 Datum Norteamericano de 1927  
 Esferoide de Clarke 1886

Fuente de los Datos:  
 Datos Base: ANAM, Contraloría de la República  
 Densidad Poblacional: A partir de datos de Censo Poblacional del año 2000  
 Septiembre de 2011

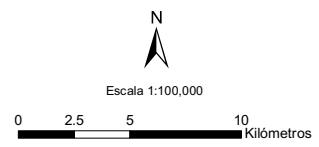
Población Por Subcuenca, Año 2000			
Cuenca Hidrográfica del Río La Villa			
Subcuenca	Superficie (km <sup>2</sup> )	Población 2000	Densidad por km <sup>2</sup>
Río La Villa (bajo)	120.90	50,357	417
Quebrada Pece-Río La Villa	107.65	5,719	53
Quebrada Grande	48.46	1,035	28
Río Esquivel	84.25	3,075	36
Río Estibana	296.06	7,005	23
Quebrada Salitre-La Villa (medio)	119.74	3,400	28
Río El Gato	160.59	4,520	28
Río Techaro	85.81	1,465	17
Quebrada Piedra-Río La Villa (alto)	231.30	3,794	15
<b>Total</b>	<b>1,294.65</b>	<b>82,169</b>	<b>63</b>



**Densidad de Población Por Corregimiento,  
Cuenca Hidrográfica del Río La Villa, Año 2000**

**Leyenda**

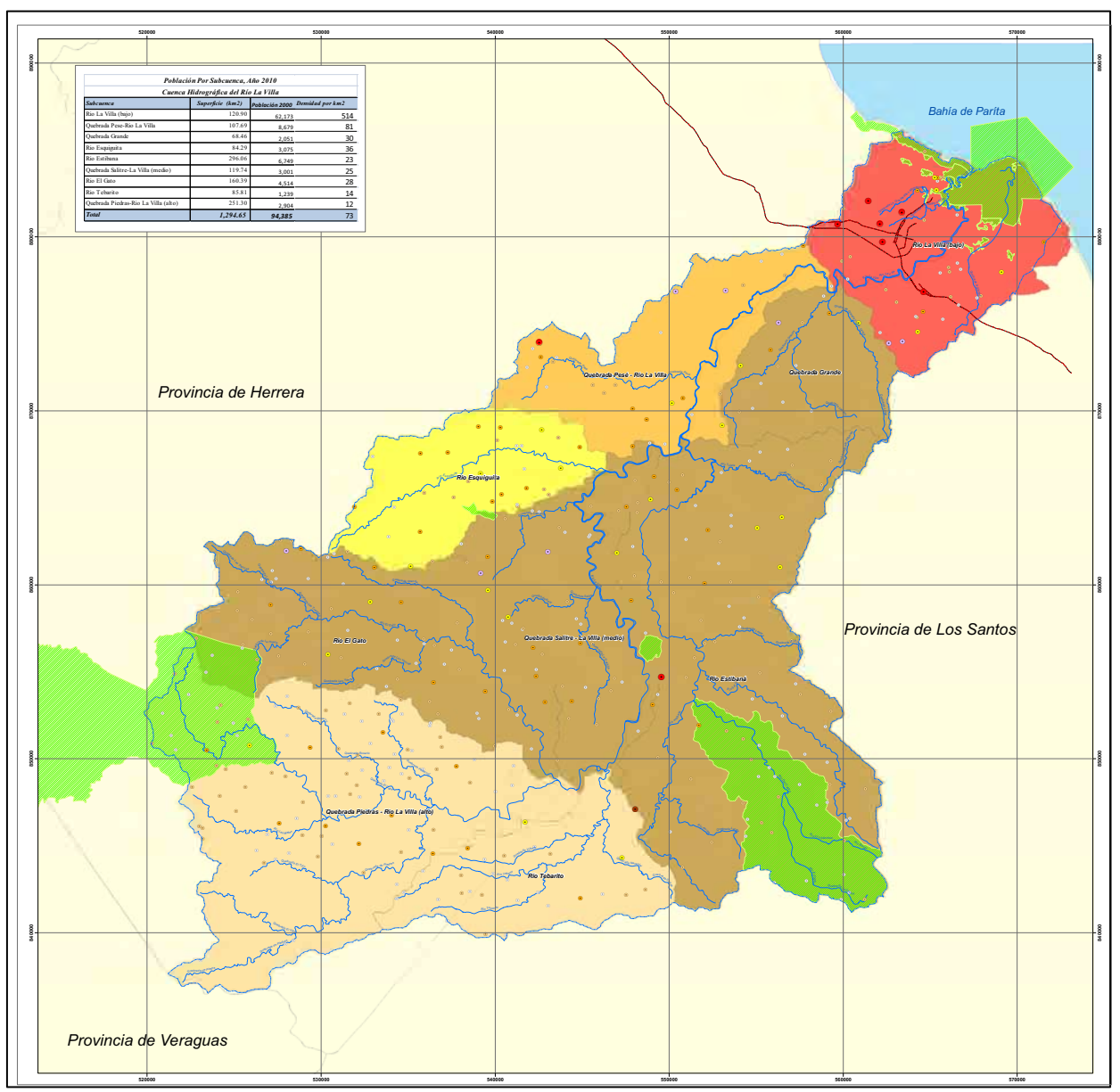
- |  |   |
|--|---|
| <b>Densidad de Población por Corregimiento (por Km<sup>2</sup>)</b>  | <b>Simbología</b>   |
| <span style="display:inline-block; width:15px; height:15px; background-color:lightblue; border:1px solid black;"></span> 1 - 100   | <span style="display:inline-block; width:10px; height:10px; background-color:gray; border-radius:50%;"></span> Poblados Principales |
| <span style="display:inline-block; width:15px; height:15px; background-color:limegreen; border:1px solid black;"></span> 101 - 500 | Ríos  |
| <span style="display:inline-block; width:15px; height:15px; background-color:orange; border:1px solid black;"></span> 501 - 1000   | Áreas protegidas  |
| <span style="display:inline-block; width:15px; height:15px; background-color:red; border:1px solid black;"></span> 1001 - 5000     | Límite de Subcuencas  |
|  | Límite de la Cuenca   |
|  | Provincias  |



Proyección Universal Transversal de Mercator  
 Zona 17  
 Datum Norteamericano de 1927  
 Esferoide de Clarke 1866

Fuente de los Datos:  
 Datos Base: ANAM, Contraloría de la República  
 Densidad Poblacional: A partir de datos de Censo Poblacional del año 2000  
 Septiembre de 2011

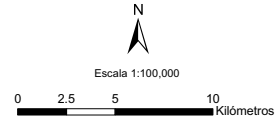
Población Por Subcuenca, Año 2010			
Cuenca Hidrográfica del Río La Villa			
Subcuenca	Superficie (km <sup>2</sup> )	Población 2010	Densidad por km <sup>2</sup>
Río La Villa (total)	129.90	62,174	514
Quebrada Paso-Río La Villa	187.69	8,679	81
Quebrada Grande	88.46	2,051	30
Río Esquipala	84.29	3,071	36
Río Esbana	296.06	6,780	23
Quebrada Salitre-La Villa (medio)	119.74	3,021	25
Río El Gato	166.39	4,514	28
Río Tcharke	81.81	1,239	14
Quebrada Piedra-Río La Villa (alto)	251.30	2,806	12
<b>Total</b>	<b>1,294.66</b>	<b>94,382</b>	<b>73</b>



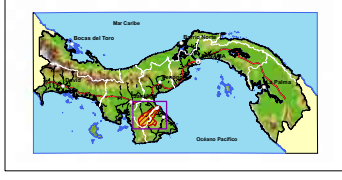
**Densidad de Población Por Subcuenca y Distribución de la Población, Por Corregimiento, Hidrográfica del Río La Villa, Año 2010**

**Leyenda**

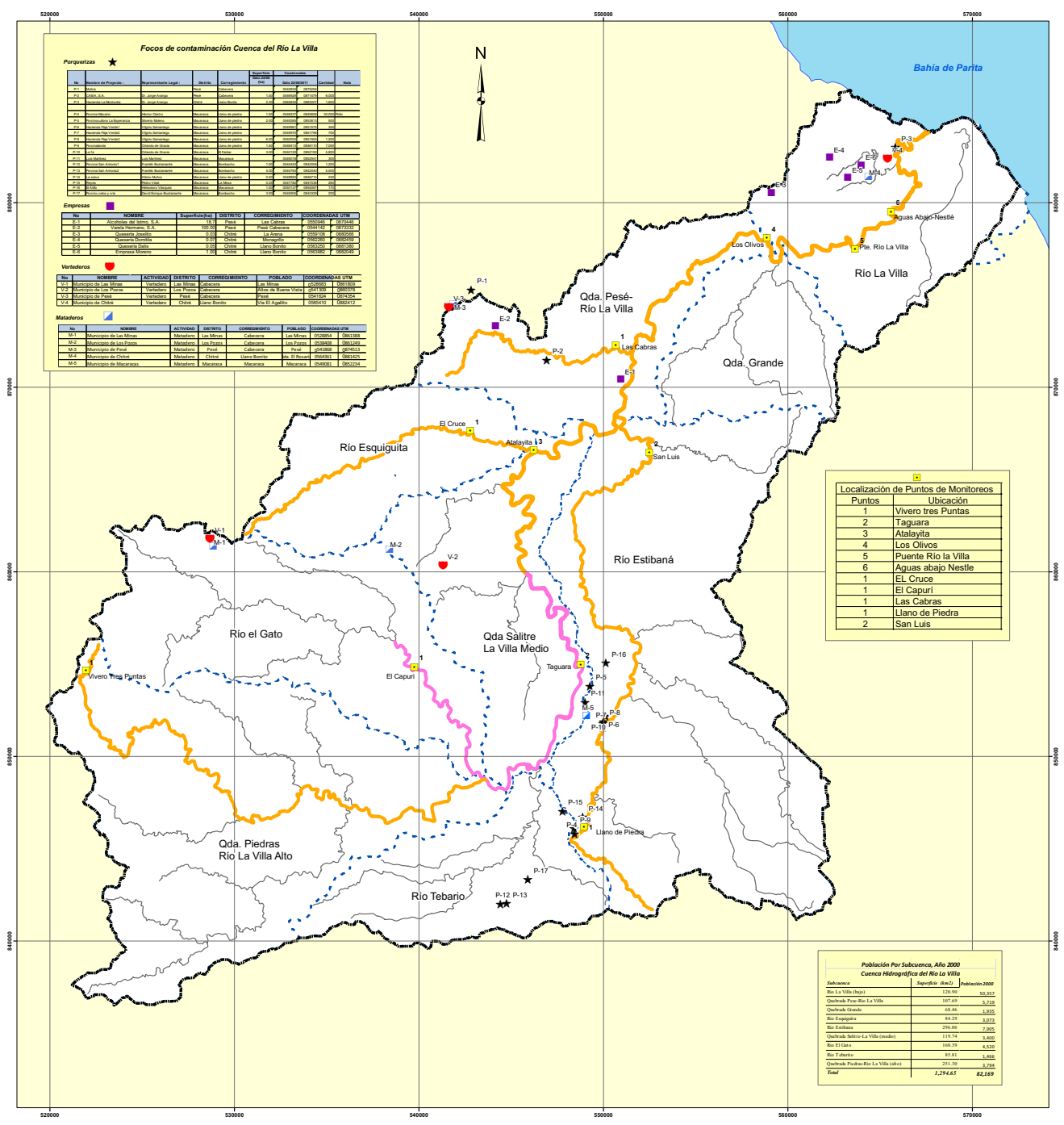
- Cantidad de Población**
- Menor a 24 Habitantes
  - 25 - 99
  - 100 - 199
  - 200 - 499
  - 500 - 999
  - 1000 - 1499
  - Mayor a 1,500 Habitantes
- Simbología**
- Límite de Cuenca
  - Límite de corregimientos
  - Ríos
  - ▨ Áreas protegidas
  - Vías primarias
- Densidad de Población por km<sup>2</sup>**
- Menor a 15 habitantes
  - De 16 a 30 Hab
  - De 31 a 45 Hab
  - De 46 a 85 Hab
  - Mayor a 400 Hab



**Localización Nacional**



GOBIERNO NACIONAL  
 autoridad nacional del ambiente  
 Proyección Universal Transversal de Mercator  
 Zona 17  
 Datum Nortamericano de 1927  
 Escala de Carta: 1:800  
 Febrero 2012



**Legenda**

**Focos de Contaminación Cuenca Río La Villa**

- Puntos de Monitoreo
- Empresas
- Vertederos
- ★ Porquerizas
- Mataderos

**Calidad de Agua: General**

- Buena
- Media

**Limites de la cuenca**

- Límite de la cuenca
- Límite de subcuencas

**Provincias**

**Empresas con Caracterización de Aguas Residuales y Estaciones de Monitoreo Cuenca Hidrográfica del Río La Villa**

Escala 1:105,000

Proyección Universal Transversal de Mercator  
Zona 17  
Datum Noramericano de 1927  
Esférico de Clarke 1866

**Localización Nacional**





### Apéndice 3.3 PDM (versión 1)



Meta superior del Proyecto, Sus indicadores Verificable, Resultados, etc.

Nombre del Proyecto: Proyecto de Técnicas de Monitoreo para la Calidad de Agua – Fase II  
 Area Beneficiada: Area Metropolitana de Panamá, en la República de Panamá.  
 Duración del Proyecto: 5 años  
 Grupo Meta: El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental del ANAM, personal global del ANAM, Población de Panamá.

Ver.1 19 de agosto de 2008

Resumen Narrativo	Indicadores Verificables	Medios de Verificación	Supuestos Importantes
<p><b>Meta Superior del Proyecto</b>                      Se fortalecerá la capacidad sobre el cumplimiento de las normas de calidad ambiental de aguas superficiales y residuales en la República de Panamá.</p>	<p>1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el muestreo de la calidad de agua?</p> <p>2. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el análisis de la calidad de agua?</p> <p>3. Se expande el área monitoreada por el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM?</p>	<p>1. Memoria anual de la ANAM</p> <p>2. Memoria anual de la ANAM</p> <p>3. Reporte de calidad de agua</p>	
<p><b>Objetivo del Proyecto</b>                      El Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM pueda proporcionar información confiable a través de la implementación de un sistema de aseguramiento y control de la calidad (QA/QC) que sirva para contribuir al fortalecimiento de la gestión ambiental de la ANAM</p>	<p>1. Al menos veinte (20) parámetros (4 parámetros/año x 4 años) con SOPs serán establecidos</p> <p>2. Capacidad de proveer datos de calidad de agua en base al procedimiento de QA/QC establecidos para 20 parámetros. (La línea de base se establecerá después del inicio del Proyecto)</p> <p>3. Cuatro reportes científicos (1 reporte por año x 4 años) sobre la calidad de agua para gestión ambiental, con análisis de datos de monitoreo, publicado.</p>	<p>1. Manuales SOPs</p> <p>2. Registros de manual de análisis QA/QC</p> <p>3. Informe de monitoreo de calidad de agua</p>	<p>El Gobierno de Panamá mantiene o mejora los principios de la política nacional del ambiente y las regulaciones ambientales vigentes.</p>
<p><b>Resultados del Proyecto</b>                      1. Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>2. Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de</p>	<p>1. Al menos veinte (20) parámetros con la técnica de análisis establecidos.</p> <p>2. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para realizar análisis usando los SOPs establecidos mediante las actividades relacionadas al Resultado 2.</p> <p>3. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para realizar muestreo usando los SOPs establecidos mediante las actividades relacionadas al Resultado 2.</p> <p>4. XX muestras serán coleccionadas por año siguiendo los SOPs establecidos (las muestras XX serán establecidas después del inicio del Proyecto)</p> <p>1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en los métodos de calibración.</p>	<p>1. Manuales de Análisis SOPs</p> <p>2. Informe de los Expertos</p> <p>3. Informe de los Expertos</p> <p>4. Informe de monitoreo de calidad de agua</p> <p>1. Informe de los Expertos</p>	<p>Se mantiene o mejora las funciones del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p>

Resumen Narrativo	Indicadores Verificables	Medios de Verificación	Supuestos Importantes
<p>Calidad Ambiental de la ANAM</p> <p>3. Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar los conocimientos e informaciones científicas relacionados con el proceso del monitoreo ambiental.</p>	<p>2. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en el cálculo de análisis de incertidumbre.</p> <p>3. Al menos veinte (20) parámetros con SOPs validados.</p> <p>4. Validación del sistema de QA/QC, incluyendo 20 parámetros de acuerdo a la norma ISO/IEC 17025.</p> <p>5. Al menos diez (10) auditores internos de DIPROCA siguen el sistema de QA/QC.</p> <p>1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en los procedimientos de monitoreo de la contaminación ambiental.</p> <p>2. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en la interpretación de la calidad de agua.</p> <p>3. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en el estudio de dinámica de contaminantes en el entorno hídrico.</p> <p>4. Un plan de monitoreo de agua acerca de un área de cuencas hídrica piloto seleccionado es establecido.</p> <p>5. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en la evaluación de la relevancia de las normas de la calidad de agua.</p>	<p>2. Informe de los Expertos</p> <p>3. Manuales de QA/QC, Informe de evaluación ISO/IEC 17025</p> <p>5. Informe de los Expertos</p> <p>1. Informe de los Expertos</p> <p>2. Informe de los Expertos</p> <p>3. Informe de los Expertos</p> <p>4. Informe de la calidad de agua</p> <p>5. Informe de los Expertos</p>	

### Apéndice 3.4 PDM (versión 2)



Meta superior del Proyecto, Sus indicadores Verificable, Resultados, etc.

Nombre del Proyecto: Proyecto de Técnicas de Monitoreo para la Calidad de Agua – Fase II  
 Área Beneficiada: Área Metropolitana de Panamá, en la República de Panamá.  
 Duración del Proyecto: 5 años  
 Grupo Meta: El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental del ANAM, personal global del ANAM, Población de Panamá.

Ver.2 15 de octubre de 2010

Resumen Narrativo	Indicadores Verificables	Medios de Verificación	Supuestos Importantes
<p><b>Meta Superior del Proyecto</b></p> <p>Se fortalecerá la capacidad sobre el cumplimiento de las normas de calidad ambiental de aguas superficiales y residuales en la República de Panamá.</p>	<p>1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el muestreo de la calidad de agua.</p> <p>2. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el análisis de la calidad de agua.</p> <p>3. Se expande el área monitoreada por el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p>	<p>1. Memoria anual de la ANAM</p> <p>2. Memoria anual de la ANAM</p> <p>3. Reporte de calidad de agua</p>	
<p><b>Objetivo del Proyecto</b></p> <p>El Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM pueda proporcionar información confiable a través de la implementación de un sistema de aseguramiento y control de la calidad (QA/QC) que sirva para contribuir al fortalecimiento de la gestión ambiental de la ANAM.</p>	<p>1. Al menos veinte (20) parámetros (4 parámetros / año x 4 años) con SOPs serán establecidos.</p> <p>2. Capacidad de proveer datos de calidad de agua en base al procedimiento de QA/QC establecidos para 20 parámetros. (La línea de base se establecerá después del inicio del Proyecto)</p> <p>3. Cuatro reportes científicos (4) sobre la calidad de agua para gestión ambiental, con análisis de datos de monitoreo, publicado.</p>	<p>1. Manuales SOPs</p> <p>2.Registros de manual de análisis QA/QC</p> <p>3. Informe de monitoreo de calidad de agua</p>	<p>El Gobierno de Panamá mantiene o mejora los principios de la política nacional del ambiente y las regulaciones ambientales vigentes.</p>
<p><b>Resultados del Proyecto</b></p> <p>1. Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p>	<p>1-1 Al menos veinte (20) parámetros con la técnica de análisis establecidos.</p> <p>1-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para realizar análisis usando los SOPs establecidos mediante las actividades relacionadas al Resultado 2.</p> <p>1-3 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para realizar muestreo usando los SOPs establecidos mediante las actividades relacionadas al Resultado 2.</p> <p>1-4 XX muestras serán coleccionadas por año siguiendo los SOPs establecidos.</p>	<p>1. Manuales de Análisis SOPs</p> <p>2. Informe de los Expertos</p> <p>3. Informe de los Expertos</p> <p>4. Informe de monitoreo de calidad de agua</p>	<p>Se mantiene o mejora las funciones del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p>

Resumen Narrativo	Indicadores Verificables	Medios de Verificación	Supuestos Importantes
<p>2. Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p> <p>3. Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar los conocimientos e informaciones científicas relacionados con el proceso del monitoreo ambiental.</p>	<p>2-1 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en los métodos de calibración.</p> <p>2-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en el cálculo de análisis de incertidumbre.</p> <p>2-3 Al menos veinte (20) parámetros con SOPs validados.</p> <p>2-4 Supervisión de registros técnicos y se llevo a cabo 20 parámetro de SOPs basando en la norma ISO 17025.</p> <p>2-5 Se realizará por lo menos 10 auditoria interna de DIPROCA. a través de sistema de QA/QC.</p> <p>3-1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en los procedimientos de monitoreo de la contaminación industrial.</p> <p>3-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en la interpretación de la calidad de agua.</p> <p>3-3 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en el estudio de dinámica de contaminantes en el entorno hídrico.</p> <p>3-4 Un plan de monitoreo de agua acerca de un área de cuencas hídrica piloto seleccionado es establecido.</p> <p>3-5 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en la evaluación de la relevancia de las normas de la calidad de agua.</p>	<p>1. Informe de los Expertos</p> <p>2. Informe de los Expertos</p> <p>3. Manual de SOPs y QA/QC</p> <p>4. Registros Técnicos y SOPs a través de ISO 17025.</p> <p>5. Informe de los Expertos</p> <p>1. Informe de los Expertos</p> <p>2. Informe de los Expertos</p> <p>3. Informe de los Expertos</p> <p>4. Informe de la calidad de agua</p> <p>5. Informe de los Expertos</p>	



Apéndice 3.5 PDM (versión 3)



Meta superior del Proyecto, Sus indicadores Verificable, Resultados, etc.

Nombre del Proyecto: Proyecto de Técnicas de Monitoreo para la Calidad de Agua – Fase II  
 Área Beneficiada: Área Metropolitana de Panamá, en la República de Panamá.  
 Duración del Proyecto: 5 años  
 Grupo Meta: El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental del ANAM, personal global del ANAM, Población de Panamá.

Ver.3 3 de febrero de 2012

Resumen Narrativo	Indicadores Verificables	Medios de Verificación	Supuestos Importantes
<p><b>Meta Superior del Proyecto</b></p> <p>Se fortalecerá la capacidad sobre el cumplimiento de las normas de calidad ambiental de aguas superficiales y residuales en la República de Panamá.</p>	<p>1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el muestreo de la calidad de agua.</p> <p>2. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está calificado para llevar a cabo el análisis de la calidad de agua.</p> <p>3. Se expande el área monitoreada por el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p>	<p>1. Memoria anual de la ANAM</p> <p>2. Memoria anual de la ANAM</p> <p>3. Reporte de calidad de agua</p>	
<p><b>Objetivo del Proyecto</b></p> <p>El Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM pueda proporcionar información confiable a través de la implementación de un sistema de aseguramiento y control de la calidad (QA/QC) que sirva para contribuir al fortalecimiento de la gestión ambiental de la ANAM.</p>	<p>1. Al menos veinte (20) parámetros (4 parámetros / año x 4 años) con SOPs serán establecidos.</p> <p>2. Capacidad de proveer datos de calidad de agua en base al procedimiento de QA/QC establecidos para 20 parámetros. (La línea de base se establecerá después del inicio del Proyecto)</p> <p>3. Cuatro reportes científicos (4) sobre la calidad de agua para gestión ambiental, con análisis de datos de monitoreo, publicado.</p>	<p>1. Manuales SOPs</p> <p>2.Registros de manual de análisis QA/QC</p> <p>3. Informe de monitoreo de calidad de agua</p>	<p>El Gobierno de Panamá mantiene o mejora los principios de la política nacional del ambiente y las regulaciones ambientales vigentes.</p>
<p><b>Resultados del Proyecto</b></p> <p>1. Se incrementará la capacidad técnica de muestreo y análisis del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p>	<p>1-1 Al menos veinte (20) parámetros con la técnica de análisis establecidos.</p> <p>1-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para realizar análisis usando los SOPs establecidos mediante las actividades relacionadas al Resultado 2.</p> <p>1-3 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado para realizar muestreo usando los SOPs establecidos mediante las actividades relacionadas al Resultado 2.</p> <p>1-4 2,000 muestras serán coleccionadas por año siguiendo los SOPs establecidos.</p>	<p>1. Manuales de análisis SOPs</p> <p>2. Informe de proyecto</p> <p>3. Informe de proyecto</p> <p>4. Informe interno, informe de proyecto sobre monitoreo de la calidad del agua</p>	<p>Se mantiene o mejora las funciones del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM</p>

Resumen Narrativo	Indicadores Verificables	Medios de Verificación	Supuestos Importantes
<p>2. Se mejorará el sistema de QA/QC implementando en el Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM.</p> <p>3. Se fortalecerá la capacidad del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM para brindar los conocimientos e informaciones científicas relacionados con el proceso del monitoreo ambiental.</p>	<p>2-1 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en los métodos de calibración.</p> <p>2-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en el cálculo de análisis de incertidumbre.</p> <p>2-3 Al menos veinte (20) parámetros con SOPs validados.</p> <p>2-4 Supervisión de registros técnicos y se llevo a cabo 20 parámetro de SOPs basando en la norma ISO 17025.</p> <p>2-5 Se realizará por lo menos 10 auditoría interna de DIPROCA. a través de sistema de QA/QC.</p> <p>3-1. El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en los procedimientos de monitoreo de la contaminación industrial.</p> <p>3-2 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en la interpretación de la calidad de agua.</p> <p>3-3 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en el estudio de dinámica de contaminantes en el entorno hídrico.</p> <p>3-4 Un plan de monitoreo de agua acerca de un área de cuencas hídrica piloto seleccionado es establecido.</p> <p>3-5 El personal del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM está capacitado en la evaluación de la relevancia de las normas de la calidad de agua.</p>	<p>1. Informe de proyecto</p> <p>2. Informe de proyecto</p> <p>3. Manual de SOPs y QA/QC</p> <p>4. Registros técnicos y SOPs a través de ISO 17025.</p> <p>5. Informe de Proyecto</p> <p>1. Informe de Proyecto</p> <p>2. Informe de Proyecto</p> <p>3. Plan de monitoreo sobre la calidad del agua, Informe de proyecto</p> <p>4. Plan de monitoreo sobre la calidad del agua, Informe de proyecto</p> <p>5. Informe de proyecto</p>	

Apéndice 3.6 La revisión de PDM (Versión 1) a PDM (Versión 2)



Modification from Version 1 to Version 2

	Before modification (Version 1)	After modification (Version 2)	Background of revision
Verifiable Indicator 2-4	Validation of QA/QC system including 20 parameters according to the norm ISO 17025	Supervision of Technical Records and SOPs for 20 parameters is conducted according to ISO 17025	Because QA/QC system has been prepared, the Project aims at improving it and managing ANAM Environmental Quality Laboratory based on the established system.
Means of Verification 2-4	QA/QC Manual, ISO 17025 Evaluation Report	Technical Records, SOPs according to ISO 17025	
Activities 2-8	Preparation of QA/QC system by ANAM Environmental Quality Laboratory Personnel	Improvement of QA/QC system by ANAM Environmental Quality Laboratory Personnel	
Activities 2-10	Management of ANAM Environmental Quality Laboratory based on established SOPs and QA/QC	Management of ANAM Environmental Quality Laboratory based on established SOPs and QA/QC system	
Verifiable Indicators 2-5	At least 10 internal auditor of DIPROCA following QA/QC system	At least 10 internal auditors of DIPROCA perform internal audits following QA/QC system	Because it is important not only to train internal auditors but also to perform internal audits regularly.





Apéndice 3.7 La revisión de PDM (Versión 2) a PDM (Versión 3)



Modification from Version 2 to Version 3

	Before modification (Version 2)	After modification (Version 3)	Reasons of revision
Verifiable Indicator 1-4	XX samples annually following established SOPs.	2,000 samples annually following established SOPs.	The number of the samples had not been identified so far.
Means of Verification 1-2, 1.3, 2-1, 2-2, 2-5, 3-1, 3-2, 3-5	Expert report	Project Report	“Expert Report” was unclear. “Project Report” contains outcomes, which JET and C/P prepared during Project.
Means of Verification 1-4	Water quality monitoring report	ANAM Internal Report, Water quality monitoring project report	Each result of the analysis is recorded on each “ANAM Internal Report” or “Water quality monitoring project report”. “Water quality monitoring report” was clarified as “Water quality monitoring project report”, which is prepared based on the monitoring results of the Model River Basin.
Means of Verification 3-3	Expert report	Water quality monitoring plan, Project report	Verifiable Indicator of 3.3 could be ensured by “Water quality monitoring plan” or “Project report”
Means of Verification 3-4	Water quality report	Water quality monitoring plan, Project report	Same reasons of the above



Apéndice 3.8 El plan de actividades









Apéndice 3.9 La materia de la presentación: El manual de la calibración para HORIBA D-54



## Manual de calibraciòn Horiba D-54

## CALIBRACION DE pH

### Materiales

- Soluciòn Estàndar pH: 4
- Soluciòn Estàndar pH: 7
- Soluciòn Estàndar pH: 9
- Agua Desionizada o destilada
- Papel Toalla
- Envase Plàstico



### Paso – 1 Encender el equipo



Presione el Botòn ON/OFF para encender o apagar el equipo

### Paso 2 – Lavar el electrodo



1- Abrir la entrada del electrodo

2- Enjuagar con agua destilada o Desionizada

### Paso 3- Secar el electrodo



### Paso 4 - Enjuagar el electrodo



### Paso 5 - Sumergir el electrodo



Electrodo sumergido a 3 cm

### Paso 6 – Seleccionar el modo que va a utilizar para calibrar



Presionar set para elegir el modo



Presionar enter y determinar el modo a utilizar



Presion el botón de medir para medir con el modo seleccionado

### Paso 7 – Calibrar



Presione el botón Cal y luego espere a observar el dato y comparar el valor obtenido con la solución utilizada

### Medición de sensibilidad del electrodo



1- Presionar Mode para seleccionar la medida de voltaje



2- Medir siempre el voltaje con la Solución de pH 4.00 y calcular con la fórmula de Porcentaje de sensibilidad

## CALIBRACIÓN - CONDUCTIVIDAD

### Materiales

- Solución Estándar de conductividad: 1000 $\mu$ S/cm
- Solución Estándar de conductividad: 1413 $\mu$ S/cm
- Solución Estándar de conductividad: 2000  $\mu$ S/cm
- Agua Desionizada o destilada
- Papel Toalla
- Envase Plástico

### Paso 2 – Lavar el electrodo

1- Enjuagar con agua destilada o Desionizada cerca de la área de entrada del electrodo.



### Paso 3- Secar el electrodo



### Paso 4 - Enjuagar el electrodo



### Paso 5 - Sumergir el electrodo



Sumergir el Electrodo hasta cubrirlo en su totalidad

## Calibrar



1- presione MODE para seleccionar la medida de conductividad



2- Presione Cal para seleccionar el modo cell set.

## Calibrar



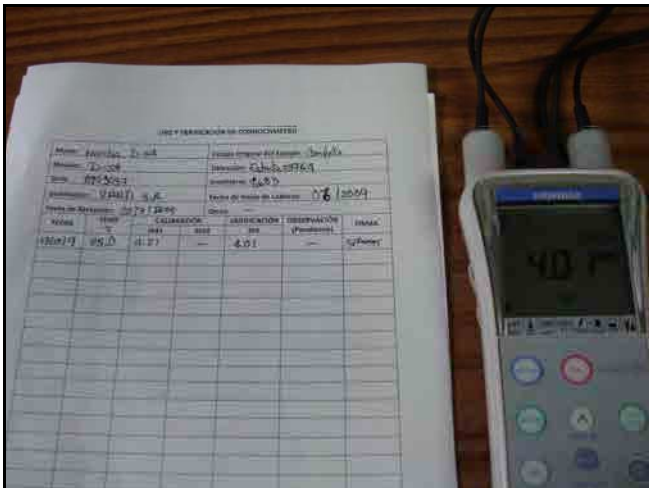
3- Presionar nuevamente MODE para ajustar la medida a calibrar



4- Ajustar la medida a calibrar aumentando o disminuyendo la unidad



5- Presionar CAL, registrar el dato y compararlo con la solución utilizada



! Listos para usar el equipo !

## CONCLUSIÓN

- 1- Confiabilidad en los datos que voy a medir en campo
- 2- Confiabilidad del estado en que se encuentre el equipo

Apéndice 3.10 La materia de la presentación: El resultado de la curva de calibración y la prueba de repetitividad sobre el análisis de DQO





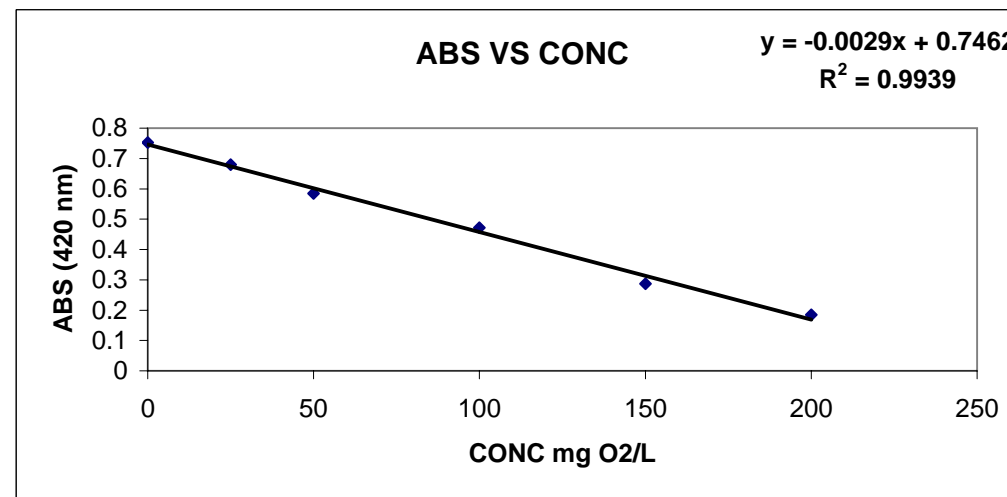


# DEMANDA QUIMICA OXIGENO (DQO)

FECHA: 14-12-09

RANGO BAJO

STD	ABS 420 nm
0	0.753
25	0.68
50	0.585
100	0.472
150	0.287
200	0.185



MUESTRAS	ABS	CONC mg O2/L
P 1	0.451	101.79
P 2	0.458	99.38
P 3	0.458	99.38
P 4	0.446	103.62
P 5	0.464	97.31

PROMEDIO 100.30

DESV STD 2.44

COEF DE VAR 2.44

MUESTRAS	ABS	CONC mg O2/L
M 1	0.363	132.14
M 2	0.359	133.52
M 3	0.363	132.14
M 4	0.346	138.00
M 5	0.353	135.59

PROMEDIO 134.28

DESV STD 2.51

COEF DE VAR 1.87



Apéndice 3.11 La materia de la presentación: El resultado de la prueba de repetitividad sobre el análisis de DQO



CALIDAD DEL AGUA  
TEMA: DBO  
DEMANDA BIOQUIMICA DE  
OXIGENO

## Demanda Bioquímica de Oxígeno

**Definición:** es la cantidad de oxígeno que requieren las bacterias durante la estabilización de la materia orgánica susceptible de descomposición en condiciones aerobias.

Parámetro que mide la contaminación orgánica por medio de la  $DBO_5$ .

## Demanda Bioquímica de Oxígeno

### Aplicaciones:

Se usa para determinar el poder contaminante de los residuos domésticos e industriales, en términos de la cantidad de oxígeno que requieren si son descargados a las corrientes naturales de agua

## Demanda Bioquímica de Oxígeno

### Aplicaciones:

Determinar la cantidad aproximada de oxígeno que se requerirá para estabilizar biológicamente la materia orgánica.

## Demanda Bioquímica de Oxígeno

### Aplicaciones:

Se usa para establecer criterios de regulación.

Para realizar estudios que evalúan la capacidad de purificación de cuerpos de aguas receptores.

Dimensionar las instalaciones de tratamiento de agua residual

Medir la eficacia de algunos procesos de transformación.

## Demanda Bioquímica de Oxígeno

<u>Tiempo</u>	<u>% Oxidación M.O.</u>
---------------	-------------------------

5 días	60-70
--------	-------

20 días	95-99
---------	-------

## Medición de la DBO

### Método directo con electrodo:

Se ajusta la muestra a 20°C y airearla por difusión hasta saturarla.

Se llenan varios recipientes con la muestra y se analizan tres muestras inmediatamente OD.

El resto de las muestras se incuban por cinco días a 20°C.

A los cinco días se determina el OD de las muestras y se calcula la DBO<sub>5</sub>.

## Medición de la DBO

### Método de dilución:

Se considera que la velocidad de degradación bioquímica de la materia orgánica es directamente proporcional a la cantidad de material no oxidado que existe en el momento.

La velocidad a la que se utiliza el oxígeno en las diluciones del residuo esta en relación directa al porcentaje de residuo en la dilución. Una dilución al 10%, utiliza el oxígeno a una décima parte de la velocidad de una muestra al 100%.

## Medición de la DBO

### Control de factores ambientales:

- Ausencia de materiales tóxicos.
- pH y condiciones osmóticas favorables.
- Disponibilidad de nutrientes.
- Temperatura estándar.
- Presencia de una población significativa de organismos mixtos del mismo origen.

## Medición de la DBO

**El agua de dilución:** se realiza con agua desmineralizada o destilada ya que cumple con los factores ambientales.

**Inoculo:** 2 mL de agua residual por litro de agua de dilución y airearla antes de su uso.

**Blancos:** se deben tener mínimo tres por cada muestra y con la misma siembra del inoculo, 2mL.

**Diluciones del residuo:** mínimo tres diferentes y deben cubrir un rango considerable. La DBO no es afectada por [O<sub>2</sub>] bajas como 0.5 mg/L de OD. No es confiable basar los valores de la DBO en diluciones que producen una disminución de O<sub>2</sub> menor que 2mg/L.

## Medición de la DBO con muestras de diferentes diluciones

Uso de porcentaje de mezclas		Medición directa con pipeta en recipientes de 300 ml	
% de la mezcla	Margen de DBO	ml	Margen de DBO
0.01	20 000-70 000	0.02	50 000-105 000
0.02	10 000-35 000	0.05	12 000-42 000
0.05	4 000-14 000	0.10	6 000-21 000
0.1	2 000-7 000	0.20	3 000-10 500
0.2	1 000-3 500	0.50	1 200-4 200
0.5	400-1 400	1.0	600-2 100
1.0	200-700	2.0	300-1 050
2.0	100-350	5.0	120-420
5.0	40-140	10.0	60-210
10.0	20-70	20.0	30-105
20.0	10-35	50.0	12-42
50.0	4-14	100	6-21
100	0-7	300	0-7

Para una DBO de 1.000 mg/L. Se debe utilizar una mezcla al 0.5%, si se incluye un mezcla al 0.2% y otra al 1.0% el intervalo de la DBO se extiende desde 200 a 3.500 mg/L, que debe compensar cualquier error en el calculo original

## Medición de la DBO

**Recipiente de incubación:** de vidrio, con tapones esmerilados para evitar el atrapamiento del aire al momento de insertarlos y con cierre hidráulico que evite la entrada de aire durante la incubación. De color oscuro.

**OD inicial:** el OD en DBO menores que 200mg/L debe ser mayor que el 1.0%. Si la dilución de la muestra es menor que el 20%, se lleva a 20°C y se airea hasta saturar.

## Medición de la DBO

Calculo DBO: por porcentaje de mezclas

$$DBO_{(mg/L)} = [(OD_b - OD_i) 100 / \%] - (OD_b - OD_s)$$

Donde: b: botella, i: dilución, s: muestra original sin diluir

Error:  $\pm 5\%$

El valor más confiable: la muestra que tiene el mayor valor de depleción del oxígeno es el mejor

## DETERMINACION DE OD<sub>i</sub> POR EL METODO WINKLER



## SE DETERMINA EL OD POR EL METODO WINKLER



## DETERMINACION DE OD<sub>i</sub> POR EL METODO WINKLER



## DETERMINACION DE OD<sub>i</sub> POR EL METODO WINKLER



## SE DETERMINA EL OD POR TITULACION CON TIOSUFATO DE SODIO



## Medición de la DBO



## RESULTADOS OBTENIDOS EN EL LABORATORIO DE ANAM

## MUESTRA DE AGUA RESIDUAL

Identificación de Muestra	Código	Volumen de Muestra	p	DO1	OD5	Control Utilizado	BOD 5		
Toledano	m1,0	100	0,31	8,3	4,1	4,2	N/A	13,55	13,24
Toledano	m1,1	50	0,16	7,8	5,2	2,6	N/A	16,25	15,94
Toledano	m1,1	50	0,16	8,9	5,6	3,3	N/A	20,62	20,31
Ave		16,50							
STD		5,50							
STD%		11,7							

## DATOS OBTENIDOS EN EL LABORATORIO

		15/12/2009		16/12/2009		21/12/2009			
Identificación de Muestra	Código	Volumen de Muestra	p	DO1	OD5	Control Utilizado	BOD 5		
Blanc	B	320	1	8	7,9	0,1	N/A	0,1	
Blanc	B	320	1	8	7,6	0,4	N/A	0,4	0,333
Blanc	B	320	1	8	7,5	0,5	N/A	0,5	

## RESULTADOS DE DBO5 MUESTRA DE AGUA RESIDUAL

Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,5	1,4	N/A	17,94	17,63
Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,2	1,7	N/A	21,79	21,48
Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,4	1,5	N/A	19,23	18,92
Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,5	1,4	N/A	17,94	17,63
Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,6	1,3	N/A	16,67	16,36
Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,3	1,6	N/A	20,51	20,2
Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,6	1,3	N/A	16,67	16,36
Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,8	1,1	N/A	14,1	13,79
Toledano	m1,2	25	0,078	7,9	6,3	1,6	N/A	20,51	20,2

## RESULTADOS ESTADISTICOS

n	9			
Ave	18,06			
STD	2,40			
STD%	13,3			
BL				
Ave	0,333	295	0,92	0,31







Apéndice 3.12 La materia de la presentación: El resultado de la prueba de repetitividad para IC



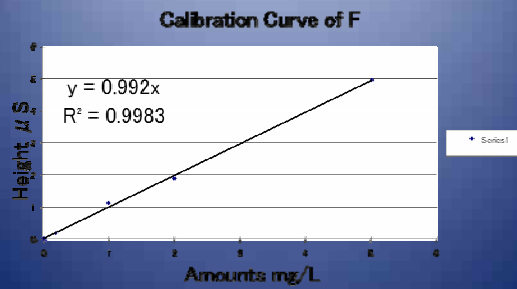
# Cromatografía de Intercambio Iónico

## DIONEX

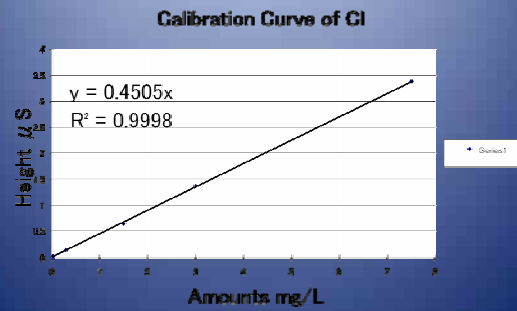
# Cromatografía Aniónica

ANION	Ret.Time	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	CONC. Inicial (mg/L)
		0.1/100	1.0/100	5/100	10/100	25/100	
F		0,02	0,2	1	2	5	20
Cl		0,03	0,3	1,5	3	7,5	30
NO2		0,1	1	5	10	25	100
Br		0,1	1	5	10	25	100
NO3		0,1	1	5	10	25	100
PO4		0,15	1,5	7,5	15	37,5	150
SO4		0,15	1,5	7,5	15	37,5	150

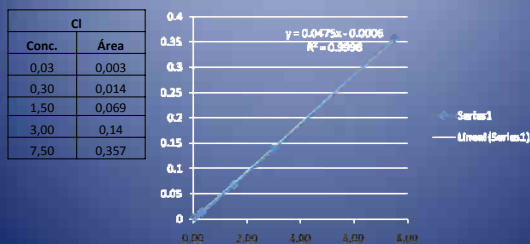
## Curva de Calibración del anión F



## Curva de Calibración del anión Cl



## Curva de Calibración del anión Cl



## Resultados de Análisis del agua del grifo del Laboratorio de Calidad Ambiental

Anion	Samples					Mean	STD	STD (%)
	sample1	sample2	sample3	sample4	sample5			
F	0,644	0,644	0,644	0,644	0,644	0,644	0,000	0,000
Cl	7,27	7,26	7,70	7,27	7,25	7,35	0,20	2,66
NO2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000			
Br	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000			
NO3	0,494	0,451	0,430	0,430	0,430	0,447	0,028	6,27
PO4	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000			
SO4	11,5	11,5	11,4	11,4	11,4	11,4	0,037	0,32

## Comparación de resultados de muestras de agua de lago, río y agua del grifo del LCA-ANAM

Anión	BA-01	BA-02	BA-03	BA-04	Cañón Q 001	Cañón Q 003	Cañón Q 004	Agua del grifo	Falcón agua potable
F	0,069	0,070	0,071	0,064	0	0	0	0,52	0,611
Cl	6,78	7,20	7,25	7,01	6,52	6,02	5,42	7,08	7,32
NO2	0,033	0,000	0,000	0,000	0	0	0	0,00	
Br	0	0	0	0	0	0	0	0,00	
NO3	0,54	0,30	0,38	0,21	0,76	1,17	0,77	0,38	0,495
PO4	0,45	0,00	0,00	0,00	0	0	0	0,00	
SO4	3,61	3,60	3,61	3,28	0,93	0,80	0,73	10,86	11,5

Apéndice 3.13 La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar





1. No. : N/A - -
2. Área de Auditoría:
3. Fecha de Auditoría: 06/07/2010  
Auditor: Julia Pineda
4. Área de Estudio (Auditada): N/A
5. Auditado: Yahaira Espinosa

**Artículos Verificados** Conclusiones de la Auditoría  
**Conformidad/No Conformidad (O)**

**Descripción (Detalles) de Conformidad/No Conformidades**

1. Conexión al muestreador automático (si se utiliza) **N/A**  
porque el equipo no tiene muestreador automático, se hace todo manualmente
2. Conexión a Chromeleon **O** Conoce la secuencia para conectarse al servidor (software) chromeleon
3. Preparación de eluyente y regenerante **O**  
El eluyente esta formado por: carbonatos y bicarbonato de sodio cuya concentración es de 0.5 M (se agregan 5.4 ml de carbonato de sodio y 0,6 ml de bicarbonato de sodio que luego se afora 1L con agua ultrapura (conductividad=18 megohn/cm)

4. Sacar el aire por válvula de residuos **O** (Si se cambia eluyente)

En la PC se busca off (bomba) desconectar las líneas de lavado , y con una jeringa succionar la línea que conecta la cabeza de la bomba secundaria

5. Equilibrar el sistema **O** Consiste en que luego de que la PC ha sido encendida y el autozero se a logrado se verifica que la conductividad se estabilice a  $15 \mu S$  (15 min)

6- Verificación de estado de operación **O**

Luego que la cond =  $15 \mu S$ , se verifica la presión de la bomba y la estabilidad de la línea base  
( )

- ❖ 7. Configuración de modo de suspensión N/A
- ❖ No lo ha realizado
- ❖ 8. Preparación de la muestra
- ❖ 8.1 Recolección y almacenamiento de muestra **O**  
La muestras de aguas superficial, residual o potable se deben filtrar inmediatamente después de colectarse a través de un filtro de  $0.45 \mu m$  para evitar que  $NO_2$  pasen a  $NO_3$  y que los  $SO_2$  pasen a  $SO_4$  y refrigerarse a  $4^\circ C$ .
- 8.2

- ❖ 8.2 Pre-tratamiento N/A No a realizado este procedimiento
- ❖ 8.3 Diluir **N/A** No a realizado este procedimiento

- ❖ 9. Procesamiento de muestras
- ❖ 9.1 La carga y muestra ○ Oprimir LOAD seguido carga la muestra.
- ❖ 9.2 "Autocero" ○ Se oprime autocero y se procede a inyectar la muestra manualmente sin interrupciones y luego se aplica inyección en el panel de la pc. 9.3 Empezar de Adquisición de Datos ○ Oprimir adquisición de datos de la corrida actual inmediatamente después del
- ❖ 9.3. Luego se busca FILE o archivo en el panel, allí mismo se busca el archivo HASHI, y posteriormente el documento YAHAIRA donde se verifica las corridas de los cromatograma

- ❖ 9.4 Inyectar la muestra ○
- ❖ La inyección es directa y manual se realiza sin interrupciones.

#### 9.5 Monitorear Cromatograma ○

Se verifica la línea base y como se esta desarrollando la generación de la señal de los picos, ya que si hay una variación de la temperatura hay una variación en los tiempos de retención de las señales o picos, se verifica la secuencia de aparición de los aniones en los cromatogramas  
Se La inyección es directa y manual se realiza sin interrupciones.

- 9.6 Parar la adquisición de datos ○
- En el panel de control se localiza y oprime el botón azul el cual detiene la secuencia de la corrida de la muestra previamente analizada.

## RECOMENDACIONES :

- Clasificar e identificar todos los materiales que se utilizan para el análisis de estos iones ya que no deben utilizarse en otras pruebas porque contaminarían los mismos y produciría errores.
- Mantener un record del registro de temperatura ambiental
- Dentro de la documentación impresa se debe incluir la fecha de generación de análisis y mantener los datos que se tabulan en Excel y que son soporte de los gráficos donde se generan las concentraciones de los diferentes iones analizados de acuerdo a los cromatograma.

## RECOMENDACIONES

- Colocar en una tabla tabulada los iones que se analizan en el cromatógrafo iónico con tiempos de retención aproximado de acuerdo a la data obtenida anteriormente.
- Desarrollar un diagrama de flujo para todo el proceso y dejarlo plasmado dentro de la documentación y en una plantilla para colocarlo en un lugar visible.

Apéndice 3.14 La materia de la presentación: El resumen de la operación del analizador de Hg



## Método de Vapor en Frío para Análisis de Mercurio

## Aplicación de la Técnica Vapor en Frío

- RP-91 es un generador de vapor de Hg que a través de la técnica de vapor frío produce Hg en estado elemental.
- El analizador de mercurio RA-915 equipado con el RP-91, se aplica para la determinación del contenido de mercurio en muestras líquidas y se utiliza para el control ambiental y la medicina

## Características Analíticas del Sistema

Muestra	Límite de detección	Rata de Flujo
Agua	0,5 ng/L	20 ml
Orina	5 ng/L	1 ml

## Forma de Instalar el RP-91

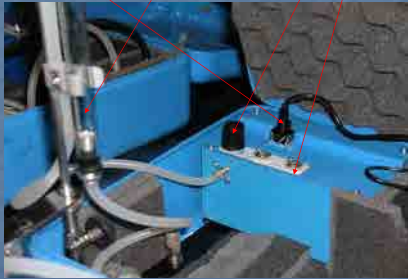


## Procedimiento para Operar el Equipo

## Encendido del RA-915 y la lámpara de Ignición



Conecte el equipo se ajusta el flujo a 2 l / min con la perilla de control



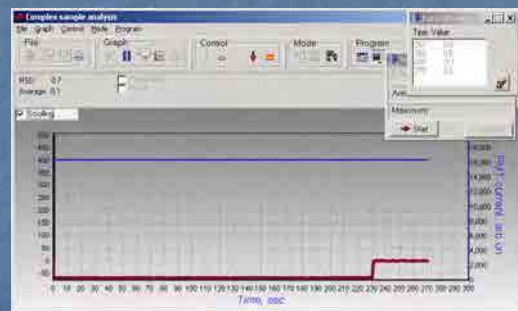
Icono del Programa



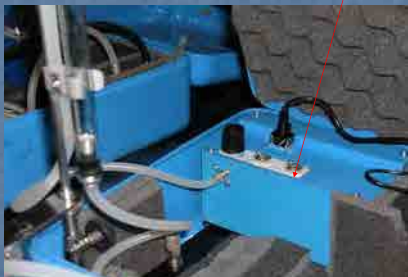
Modo de Abrir



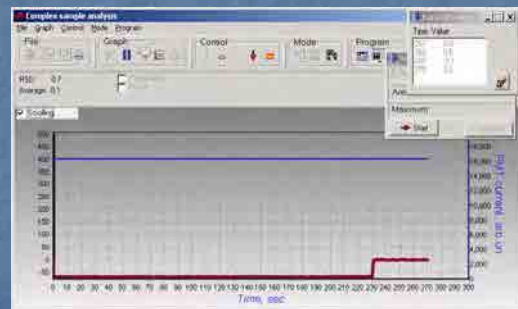
Gráfica de Análisis



Girar el botón de on hacia atrás



Y seguido dar click en start



Gracias





Apéndice 3.15 La materia de la presentación: El resumen del procedimiento del análisis de Hg



# Método de Vapor en Frío para Análisis de Mercurio

## Procedimiento

1. Encender el equipo RA-915, el cual determina el contenido de mercurio en muestras líquidas.
2. Simultáneamente, apretar el botón de la lámpara de ignición durante tres segundos.
3. Conectar junto con el RA-915, el equipo RP-91, el cual transforma el mercurio líquido a vapor de Hg.
4. Ajustar el flujo a 2 l / min con la perilla de control (botón negro a mano izquierda del equipo RP-91)
5. Conectar la computadora junto con el equipo RA-915.
6. Encender la computadora. Dar clic al icono del Programa del equipo RA-915.
7. Abrir en la ventana que aparece el modo LIQUIDO.
8. Dar clic donde aparece Grafica, en la ventana de análisis de muestra, en la cual aparecerán dos ventanas más chicas, una de integración ( la cual nos proporciona el área y el máximo del pico) y otra que nos da los valores de tiempo.
9. Inyectar una cantidad  $x$  de concentración de la muestra junto con 4 ml de solución reductora, en este caso  $\text{SnCl}_2$ , en el primer burbujeador, o sea el que está ubicado a mano izquierda del RP-91.
10. Tapar el segundo burbujeador, ya que este es el que tendrá la muestra transformada en vapor de Hg, que es tóxico para la salud del analista.
11. Verificar que el botón gris ubicado a mano izquierda del RP-91 esté en el número 2. Luego girar el botón gris de on, ubicado a mano derecha del RP-91 hacia atrás.
12. Dar clic en el botón de Start en la ventana de integración e inmediatamente empezará a formarse los picos de acuerdo a la concentración inyectada.
13. Al terminar el proceso de corrida de la muestra, colocar en la ventana de tabla de análisis líquido, colocar la descripción de la muestra y la concentración en ng/L de los estándares conocidos.



Apéndice 3.16 La materia de la presentación: El resumen del manual de operación para multi-parámetro





AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental

## CALIBRACION DEL MULTIPARAMETRO HORIBA W – 22XD.23XD



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental

- ✓ Encendido: Apretar el botón Power



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental

- ✓ Sumergir la sonda del sensor en la cantidad correcta del estándar pH 4,



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental

- ✓ Presionar el botón CAL
- ✓ Luego ENTER



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental

- ✓ Hasta visualizar en la Pantalla la END



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental

- ✓ Lavar la sonda del sensor





AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental


- ✓ Desechar la solución estándar una vez se calibre el equipo





Apéndice 3.17 La materia de la presentación: El manual de la operación para multi-parámetro



 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>PROCEDIMIENTO</h2> <h3>Mutiparametro</h3> <h3>HORIBA W – 22XD.23XD</h3>	<p>Código : F-0  Revisión :  Vigencia :  Página : 1 de  Aprobado :</p>
---	---	--

### 1. Alcance y Aplicaciones:

El Multiparametro **HORIBA W – 22XD.23XD** utiliza para el análisis en: aguas superficiales, ríos, lagos, estuarios, plantas tratamiento de efluentes acuosos, suministros de aguas potables, aguas subterráneas, efluentes industriales, suministros de agua de irrigación, acuicultura y oceanografía

Este equipo permite la medición hasta 10 parámetros de manera simultánea en campo: pH, Turbiedad, Conductividad, Oxígeno disuelto, Temperatura, Profundidad, y Potencial de Oxido – Reducción.

### 2. Materiales:

Multiparametro Horiba W – 22 XD.23XD

### 3. Reactivos:

Solución Estándar pH 4

### 4. Procedimiento:

4.1 Encendido: Para encender el equipo apretar la tecla **POWER**, En la parte inferior de la pantalla se observara el modo de medición



4.1.2 **Calibración:** Sumergir la sonda en la cantidad correcta del estándar pH 4, luego presionar el botón CAL (en la pantalla debe visualizar la palabra AUTO), luego presionar la tecla ENTER.



4.1.3 **Medición:** Sumergir la sonda del sensor en la muestra agitar suavemente, para lograr eliminar las burbujas de aire alrededor del sensor, Seleccione el Parámetro de medición con la Tecla MEAS, después que se estabiliza la medida puede almacenar cada uno de los datos pulsando la tecla ENTER.



4.1.4 **Limpieza:** Apague el equipo, y retire tapa de protectora que cubre la sonda del sensor, lave con agua de la pluma. Coloque el protector de la sonda y limpie las gotas de agua, por último enjuagar con 20 mL de agua destilada la parte interior de la sonda del sensor.



## 5. Control de cambios:

Versión	Resumen de cambios
1	Original



Apéndice 3.18 La materia de la presentación: Condiciones del funcionamiento en el campo y el tema de multi-parámetro







AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental

## VERIFICACION DEL MULTIPARAMETRO HORIBA W – 22XD.23XD



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental





AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental



AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
Laboratorio de Calidad Ambiental

GRACIAS

Apéndice 3.19 La materia de la presentación: El resumen del procedimiento del análisis y el resultado de la prueba de repetitividad sobre T-coli y F-coli (Analista: Lic. Ana Raquel Tuñón)





AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE

DIRECCIÓN DE PROTECCIÓN DE LA CALIDAD AMBIENTAL

LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL

SECCIÓN DE MICROBIOLOGÍA



## OBJETIVOS

- Explicar que son las Bacterias Coliformes ?.
- Mostrar de una manera sencilla los procedimientos de análisis que se realizan en la sección de Microbiología para determinar los Coliformes.
- Demostrar como están nuestras instalaciones.
- Bioseguridad.

## QUE SON LAS BACTERIAS COLIFORMES?

- Las Bacterias son microorganismos unicelulares carentes de núcleo y que no se pueden ver a simple vista.



- Las bacterias Coliformes es un grupo formado por los géneros : Escherichia, Enterobacter, Klebsiella y Citrobacter, bacterias que tienen ciertas características bioquímicas en común e importancia relevante como Indicadores de Contaminación en el agua y los alimentos.
- Características Bioquímicas: Aerobias o Anaerobias Facultativas. Son bacilos Gram – (capa de lipopolisacárido -peptidoglicano). No esporuladas. Fermentan la Lactosa a 35°C en 48 horas, produciendo ácido láctico y gas.

- Este grupo de Bacterias se encuentran principalmente en el intestino de los humanos y en los animales de sangre caliente (homeotermos); pero también se distribuyen en la naturaleza: suelo, vegetación y semillas.

- Como no todas estas bacterias se encuentran solamente en el intestino, se ha dividido el grupo en dos (2):

**Coliformes Totales.** (Incluye a todos los géneros del grupo)



**Coliformes Fecales.**



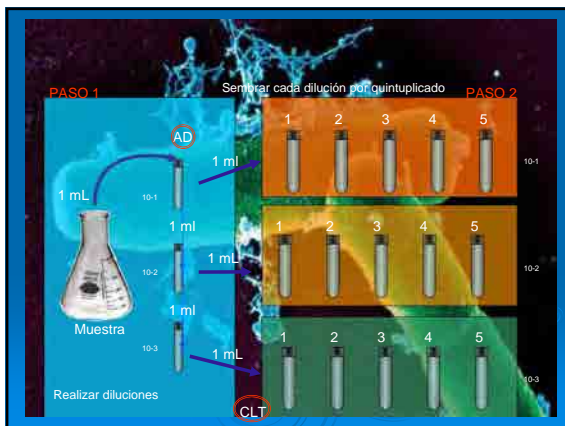
## COLIFORMES FECALES

- Los Coliformes Fecales o Termotolerantes, son aquellas bacterias que fermentan la Lactosa a 44.5°C - 45.5°C. Por lo que se descarta a Enterobacter. Donde más del 90% representa la especie Escherichia coli, y el resto es Klebsiella y Citrobacter.

## PROCEDIMIENTO







➤ **Prueba Presuntiva.**  
 Medio :Caldo Lauryl triptosa  
 Incubación: 35°C +/- 0.5°C por 24 – 48 horas

➤ **Prueba Confirmativa.**  
 Coliformes Totales.  
 Medio: Verde Bilis Brillante 2%  
 Incubación: 35°C +/- 0.5°C por 48 +/- 3 horas  
 Coliformes Fecales.  
 Medio: EC  
 Incubación: 44.5°C +/- 0.5°C por 24 horas.

➤ **Prueba Complementaria**

De la totalidad de los tubos que resultan positivos en las pruebas Confirmativas, a un 10% se le realiza la Prueba complementaria.

De los tubos elegidos, se siembra por estriado en plato en medio Mac Conkey. Se incuba a 35°C por 24 horas

Se realiza la Tinción de Gram

**PROCEDIMIENTO**

**DETERMINACIÓN DE COLIFORMES METODO DE FILTRACIÓN DE MEMBRANA SM 9222-B y D**

**Procedimiento FM**

➤ La muestra de agua se hace pasar mediante vacío por un filtro de celulosa de 45 μm de tamaño de poro, para que queden retenidas las bacterias. El filtro es colocado en un medio de cultivo específico, para lo que se desea determinar en la muestra ( Coliformes Totales / Coliformes Fecales).

Limpieza del área de trabajo.  
Alcohol 70% / Hipoclorito de Sodio 2%

Diluciones.

**Procedimiento FM**

Diluciones listas y cristalería estéril

Montaje del Sistema de Filtración.  
Se filtra de la dilución menos concentrada a la más concentrada.

Medios de cultivos

Incubación

Crecimiento en 24 horas (CT/CF)

**Procedimiento FM**

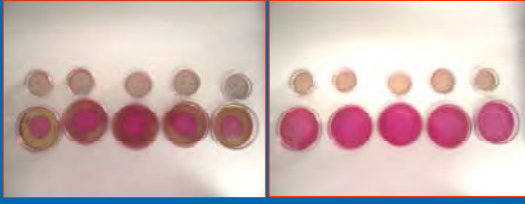
**> Coliformes Totales**  
 Colonias de color rojo metálico brillante.  
 Medios: m Endo Less.  
 Incubación: 35°C +/- 0.5 °C por 24 +/- 2 horas.



**> Coliformes Fecales**  
 Colonias de color azul.  
 Medios: m-FC.  
 Incubación : 44.5°C +/- 0.5°C por 24 +/- 2 horas.



**Procedimiento FM**



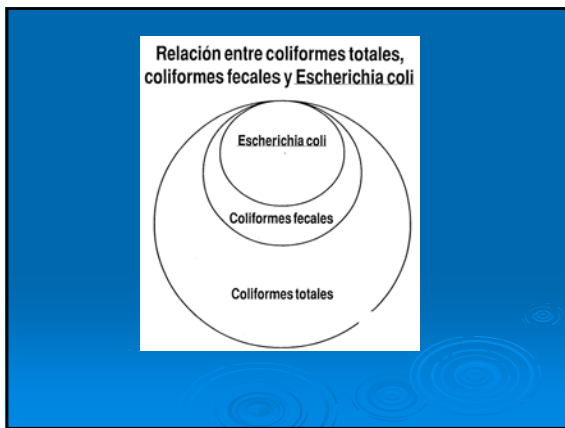
CT	480	450	430	620	450	N: 480
CF	70	110	100	110	100	SD: 64.67
						SDp: 30.79
						Nr: 4.33
						N: 36.86
						SD: 18.95
						SDp: 10.68
						Nr: 11.26

CT	<1	<1	<1	<1
CF	<1	<1	<1	<1

**Muestra**  
 Se realizó prueba de repetibilidad de 5 veces a una muestra. En una dilución de 10<sup>-1</sup>.

**Blanco**  
 Se demuestra que la cristalería está estéril y los medios de cultivos están preparados de forma correcta.

La prueba fue realizada, pasada las 24h de



**INSTALACIONES**

> Área de preparación de medios de cultivos /aguas de dilución y Cristalería estéril


> Área de incubación , conteo y manipulación de muestras de agua residual



**INSTALACIONES**

> Área de filtración  
 Manipulación de muestra de agua superficial

> Área de lavado y descarte



**BIOSEGURIDAD**



**CONDICIONES AMBIENTALES**

**LAVADO CORRECTO Y CONSTANTE DE MANOS**

**UTILIZACIÓN DE GUANTES APROPIADOS PARA CADA FUNCIÓN**

**PRECAIONES AL UTILIZAR FUEGO**

Llama del Mechero

Tanque de gas



GRACIAS





Apéndice 3.20 La materia de la presentación: El resultado de la prueba de repetición sobre T-coli y F-coli (Analista: Lic. Dessy Garrido)



# Prueba de repetición sobre Coliformes Totales y Coliformes Fecales

Dessy, 8-9 Sep 2010

Muestra

CT	9100	9300	9100	9400	9800
CF	1900	1200	1300	1400	2000

Blanco

CT	<1	2	3	<1	<1
CF	<1	<1	<1	<1	<1

Ana, 25-26 Ago, 2010

Muestra

CT	480	450	430	620	450
CF	70	110	300	110	300

Blanco

CT	<1	<1	<1	<1	<1
CF	<1	<1	<1	<1	<1



Apéndice 3.21 La materia de la presentación: El conocimiento obtenido por el entrenamiento en  
Japón






# Visita al Japón

DMD  
Noviembre 2010



## Objetivos de la visita

- Obtener una panorámica general de Administración ambiental en una prefectura del Japón
- Visitar sitios de demostración para las aplicaciones de una buena administración ambiental
- Conocer las ventajas de utilizar los indicadores biológicos



### The historical backdrop and enactment of the environmental laws

Period	Economics	Event	Enactment of environmental laws
1945-1949	Post-war chaos		
1950-1959	Recovery	Minamata Disease	
1960-1969	Rapid growth	Yokkaichi Asthma Itai-Itai disease	"Basic law for environmental pollution control"(1967) "Air pollution control law"(1968)
1970-1979	Adjustment	1st Oil crisis (1973) 2nd Oil crisis (1979)	"Water pollution control law"(1970) "Waste management and public cleansing law"(1970)
1980-1989	Bubble economy	Teshima case Kyoto Protocol (1997)	<b>Paradigm was changed</b> Basic environmental law (1993) Rational use of energy law (1997)
1990-1999	Long recession		
2000-	Moderate growth	Earth Summit (2002) Toyako Summit (2008)	"Basic law for recycling based society"(2000) "Law for individual commodities"(2000~) "Container and packing", "Electronic appliances", "Construction materials", "Food", "Automobile"

### Legal system for environmental pollution control

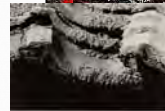
- **Basic Environmental Law**
  - "Environmental quality standard" (air, water, soil, ground water, dioxin)
  - "Prevention of pollution" • Air pollution • Water pollution • Ground settlement
  - Soil pollution • Noise
  - Vibration • Offensive odor (Typical 7 pollutions)
- **"Basic law for establishing a recycling based society"**
  - "Waste management" • Waste management and public cleansing law
- **"Promotion of recycling"**
  - Containers & packing • Home appliances
  - Construction material • Food • End-of Life vehicle
  - Green goods purchasing
- Countermeasures against toxic substances (dioxin, PCB)
- Management of chemical substances
- Battle against global warming
- Rational use of energy
- Environmental impact law
- Conservation of nature
- Pollution related health damage compensation
- Improvement of working environment

After a period of high economic growth during the 1950s through the 1970s, heavy industries such as iron manufacturing in Kitakyushu declined due to intensive competition in the iron industry on the international market. However, the air and water were polluted.

## Ciudad vistas de la contaminación y la actualidad



Seven color of smoke emitted from smokestacks : symbol of prosperity



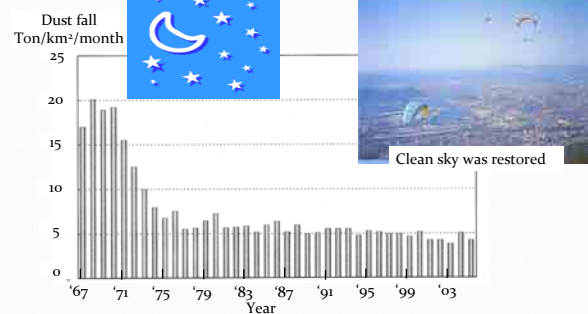
Dust on roof tile

8

## Dokai Bay Sea of Death



Transition of dust fall in Kitakyushu City



The sky of the city, which used to be described as "Rainbow of smoke" had changed to be designated as the "City with bright stars" by the Ministry of the Environment of Japan

10

## Medidas

- Saneamiento, separación de las aguas grises y tratamiento de las aguas industriales
- Dragado de la Bahía de Doku
- Leyes y normativas
- Tecnologías Limpias
- Incentivos fiscales
- Producción mas Limpia
- Cero emisiones





Kitakyushu has a clear strategy for developing the city through promoting a structural shift from heavy industries to environmental industries. The need for resource efficiency and appropriate waste management has been increasing due to the scarcity of raw materials and landfill areas. The Japanese government promote various activities associated with a recycle-based society.

### Kitakyushu Ecotown, Japan: An Integrated Resource Recovery System (IRRS)

- Japan, the dragon economy in Asia, has evolved from the old “mass-production, mass-consumption, mass-disposal” society to the “recycling-oriented” economic system today.
- Recycling Society Bill,
- Product take-back bills

### Componentes de Ecotown

- Comprehensive Environmental Industrial Complex (Hibiki Recycling Area HRA)
- Practical Research Area with an Eco-Town Center

- Plastic PET-bottle recycling project by Nishi-Nippon PET-Bottle
- Recycle Office equipment recycling project by Recycle Tech Co., Ltd.
- Automobile recycling project by West Japan Auto Recycling Co. where not only automobiles were disassembled but oil and freon gas were also treated.
- Home appliance recycling project by Nishinihon Consumer Electronics Recycle Co., Ltd. Where air conditioners, TVs, refrigerators, and washing machines are disassembled and their parts recycled for remanufacturing.
- Fluorescent tube recycling project
- Medical waste recycling project

### Productos para venta

- Polystyrene foam recycling project
- Construction materials recycling project
- Waste paper recycling project
- Project for producing biodegradable plastics from food wastes
- Woods and plastics

### Innovative Steel Manufacture Processes

Approx. 6 % of total CO<sub>2</sub> emissions in Japan are from steel sector  
Cutting CO<sub>2</sub> 30 % through innovative steel manufacturing

- Development of innovative steel manufacturing technology using **hydrogen** as a reducing agent, as a partial substitute for coke
- Technology for separation/capture of CO<sub>2</sub> generated in a blast furnace

Cutting CO<sub>2</sub> emissions by approx. **30 %** through a combination of these two technologies



## Tecnologías Limpias y sostenibles:

- Fabrica ToTTo para sanitarios ecológicos



## Next-generation Vehicle Technology

Approx. 17 % of total CO<sub>2</sub> emissions in Japan are from vehicles

- CO<sub>2</sub> emissions to reach 1/2-1/4 those of gasoline engine
- Battery volume to be increased 7- fold from current levels

CO<sub>2</sub> emissions to reach 1/3 of those of gasoline vehicles



**Hybrid vehicle**  
combining electricity and internal combustion engine

**Electric vehicles**  
that run only by electricity

Fuel cell powered vehicle using **hydrogen** as its fuel

20

## Practical Research Area

- With the cooperation of business, government, and academia, it is creating a center for environmental industries in the city by gathering organizations that do research and develop cutting-edge environmental technologies. The major partners are Japanese, British, and German institutions.

## Technology needed in the environmental business

- Waste ash utilization and neutralization
- Biodegradable plastics production
- Leak-proof waste disposal sites
- Chlorine-proof water isolation layer (using furnace slag)

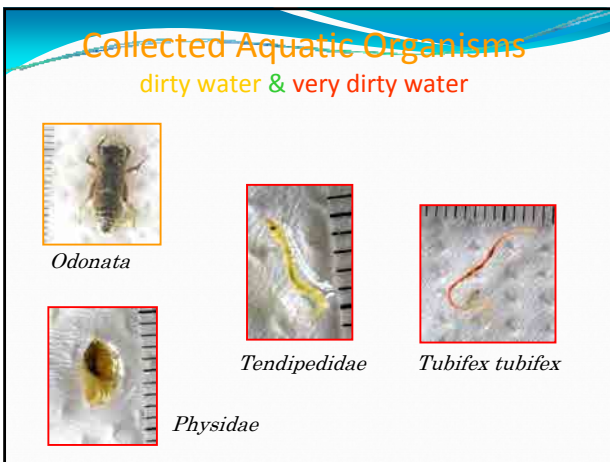
## Bioindicadores



## Gather of Aquatic Organisms



Water Flow

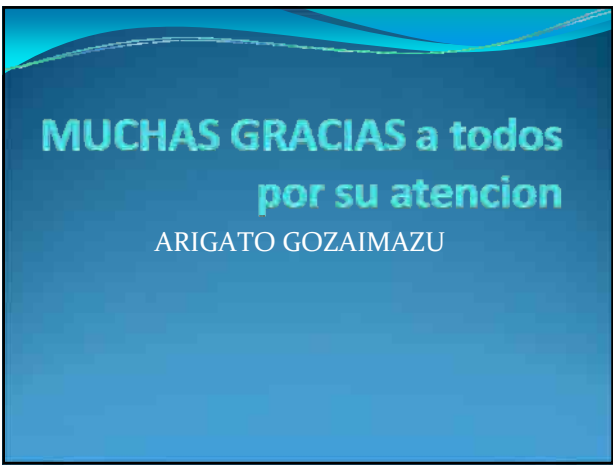


### Classification of water quality by aquatic organisms

Sampling site	No.1	No.2	
Site Name	Pulabato	Pit-os	
Date	18 Aug 2006	18 Aug 2008	
Time	9:40	11:00	
Weather	fine	fine	
Chemical Parameters			
Air Temperature	29.5	31.5	°C
pH	7	7	mg/l
ODD	5	20	mg/l
PO4	0.2	0.5	mg/l
NH4	0.2	1	mg/l
NO2	0.02	0.2	mg/l
NO3	1	5	mg/l
MBAS	0.05	0.1	mg/l
Name			
Hydropsychinae	● (1+1) 2	● 2	lobbiera
Ephemeroptera	○ 1	● 2	kagorou
Physidae	○ 1	○ 5	hiratadomomushi
Siphonuridae	○ 1	○ 1	kawarima
Chironomidae	○ 1	○ 1	yago
Tendipedidae	○ 1	○ 1	yasuriba
Tubifex tubifex	○ 1	○ 1	tomimizu
Physidae	○ 1	○ 1	sakamabagi
Hydropsychinae	○	○	boromushi
Acentropinae	○	○	mizumeja
Pomacea canaliculata	○	○	sukumirigogoi
Tadpole	○	○	otamaibushi
Algae	○	○	

color	class
	clean water
	dirty water
	very dirty water





**MUCHAS GRACIAS a todos  
por su atencion**

ARIGATO GOZAIMAZU

Apéndice 3.22 La materia de la presentación: El manual de la operación sobre multi-parámetro





Autoridad Nacional del Ambiente  
Laboratorio de Calidad Ambiental

### CALIBRACION DEL MULTIPARAMETRO HORIBA W-22XD.23XD

1

### MULTIPARAMETRO HORIBA W-22XD.23XD



2

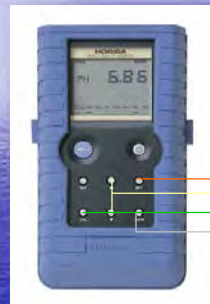
### FUNCIONES DEL MULTIPARAMETRO HORIBA W-22XD.23XD



→ Medición  
Encendido  
→ Enter

3

### FUNCIONES DEL MULTIPARAMETRO HORIBA W-22XD.23XD



→ Botones de ajuste  
Calibración  
→ Data  
→ Set

4

### Partes del Multiparametro



→ Electrodo de O. Disuelto  
→ Electrodo, pH

→ Sensor para medir Temperatura  
→ Sensor de Conductividad

5

### Materiales usados para cambiar solución (KCl) del electrodo



6

## Pasos para cambiar solución de KCl del Electrodo de pH

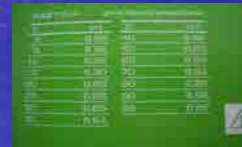
1- Primero se quita el protector.

2- Luego se procede a sacar la solución de KCl (internal solution for reference electrode).

3- Nuevamente se vuelve a llenar el electrodo con la solución antes mencionada sin dejar ninguna burbujas.



## Standard solution usada para calibración de Multiparametro Horiba W-22XD.23XD



8

## Calibración del Multiparametro Horiba W22XD.23XD, (pH) en dos puntos



Paso1: Encendido

Paso2: Seleccionar el Parámetro a calibrar

Paso3: se sumerge el electrodo en la solución estándar de 6.86 at 25 °c

Paso4: Presione Calibrar aparece la función auto, presione nuevamente y aparece la función zero

Paso5: Espere a que se estabilice y presiona enter

- Zero
- Auto
- Data in

9

## Calibración del Multiparametro Horiba W22XD.23XD, (pH) en dos puntos



Paso6: Presione Nuevamente la función cal le aparecerá la función spam

Paso7: se sumerge el electrodo en Solución estándar de 9.18 at 25 °c

Paso8: Espere a que se estabilice y presiona enter

- spam
- Data in

10

## Materiales usados para cambio de membrana del electrodo de O.D



11

## Cambio de membrana del electrodo de O.D

- Se desenrosca el protector del electrodo
- Se quita la chapa de seguridad
- Luego se quita la membrana



12



## Cambio de membrana del electrodo de O.D

- Se llena el electrodo de solución para O.D
- Luego se pone la membrana y chapa en un dispositivo
- No debe quedar burbuja, la membrana debe quedar bien estrada
- el sobrante de membrana se corta delicadamente con un bisturi
- Luego se vuelve a poner el protector y se procede a calibrar



13

## Calibración del Multiparametro Horiba W22XD.23XD,(O.D) en dos puntos



Paso1: Encendido

Paso2: Seleccionar el Parametro a calibrar

Paso3: se sumerge el electrodo en  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  al 5%

Paso4: Presione Calibrar aparece la función auto, presione nuevamente y aparece la función zero

Paso5: Espere a que se estabilice y presiona enter

Zero  
Auto  
Data in

14

## Calibración del Multiparametro Horiba W22XD.23XD,(O.D) en dos puntos



Paso6: Presione Nuevamente la función Cal le aparecerá la función spam

Paso7: se sumerge el electrodo en agua saturada

Paso8: Espere a que se estabilice y presiona enter

Spam  
Data in

15

Muchas gracias

16

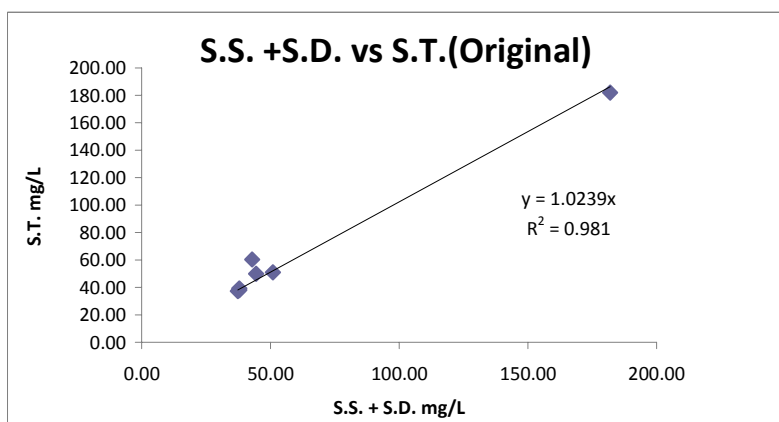
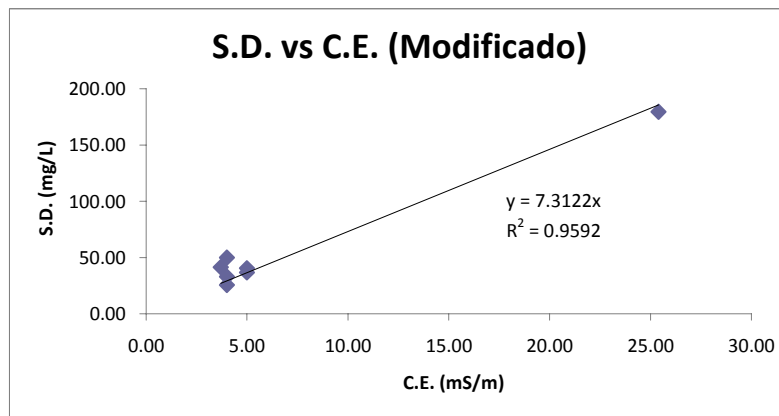
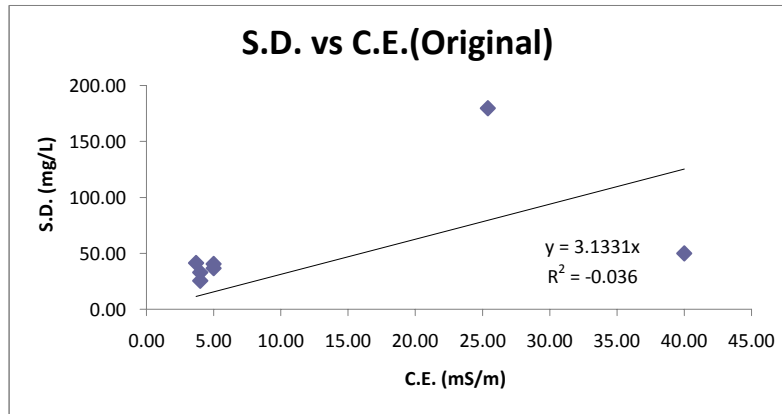


Apéndice 3.23 La materia de la presentación: La correlación de ST, SS, SD, y CE en el río Santa María



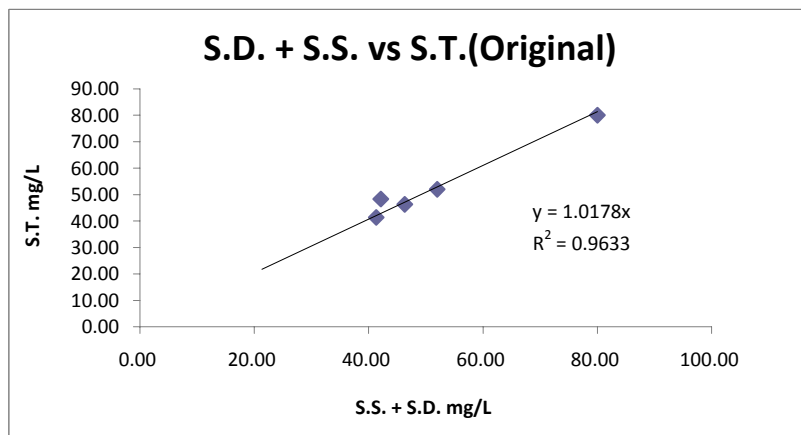
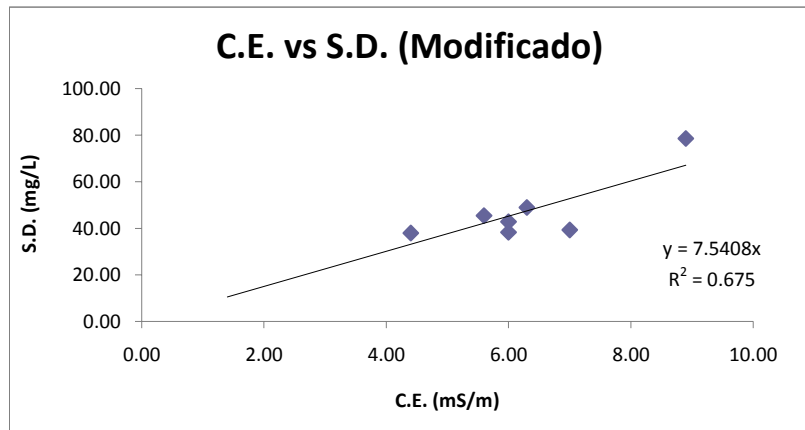
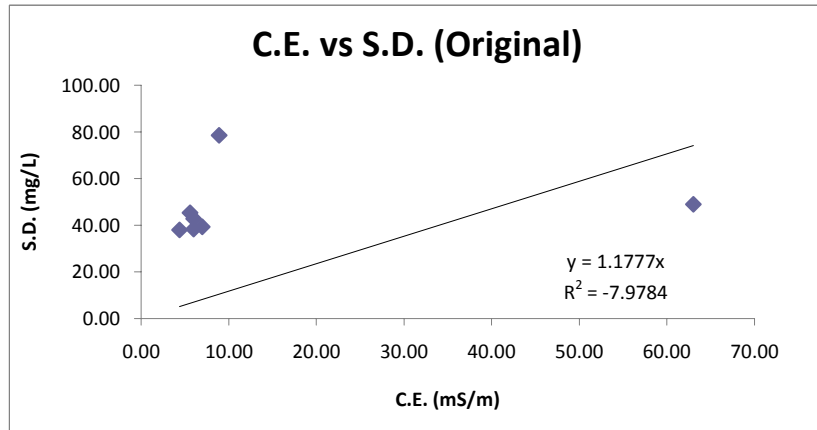
### Monitoring Station 1

Estación 1	C.E.(mS/m) (Original)	C.E.(mS/m) (Modificado)	S.D (mg/L) (Original)	S.T.(mg/L) (Original)	SD+SS(mg/L) (Original)
2004 Temporada Seca	4.00	4.00	33.03	37.33	37.33
2004 Temporada Lluviosa	4.00	4.00	25.51	38.00	37.93
2005 Temporada Seca	40.00	4.00	50.00	51.00	51.00
2005 Temporada Lluviosa	25.40	25.40	179.60	182.00	182.00
2007 Temporada Lluviosa	5.00	5.00	40.34	60.34	42.94
2008 Temporada Seca	5.00	5.00	36.67	39.33	37.94
2008 Temporada Lluviosa	3.70	3.70	41.40	49.90	44.40



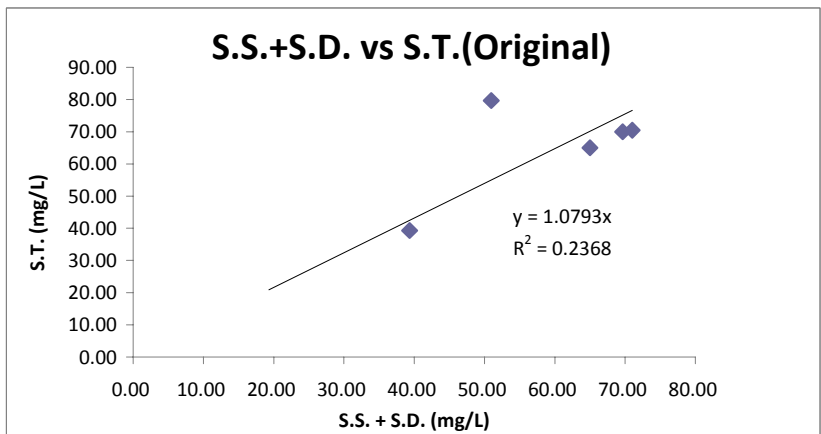
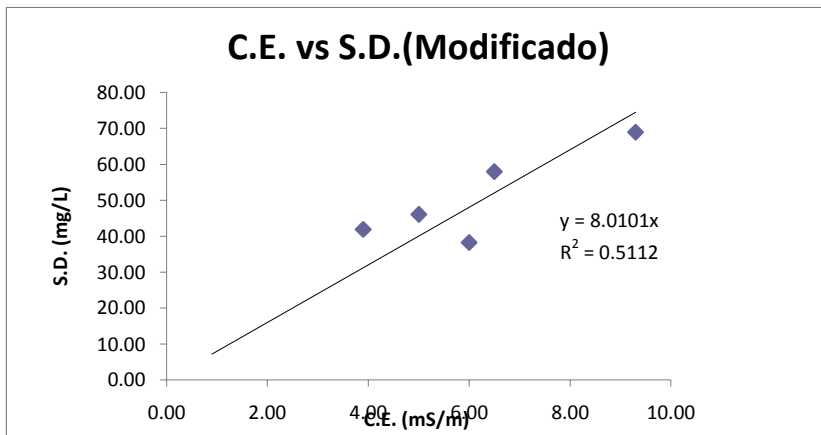
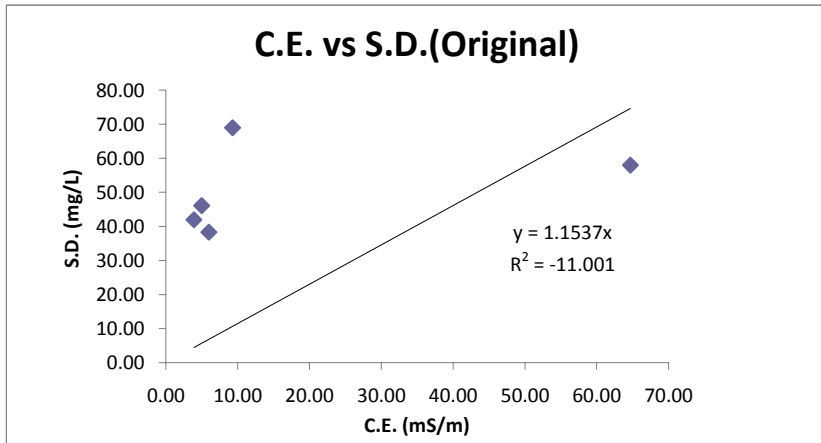
### Monitoring Station 2

Estación 2	C.E.(mS/m) (Original)	C.E.(mS/m) (Modificado)	S.D(mg/L) (Original)	S.T. (mg/L) (Original)	SD+SS(mg/L) (Original)
2004 Temporada Seca	6.00	6.00	42.83	46.33	46.33
2004 Temporada Lluviosa	4.40	4.40	38.00	41.33	41.33
2005 Temporada Seca	63.00	6.30	49.00	52.00	52.00
2005 Temporada Lluviosa	8.90	8.90	78.55	80.00	80.00
2007 Temporada Lluviosa	6.00	6.00	38.34	48.34	42.11
2008 Temporada Seca	7.00	7.00	39.33	48.67	ND
2008 Temporada Lluviosa	5.60	5.60	45.39	56.64	ND



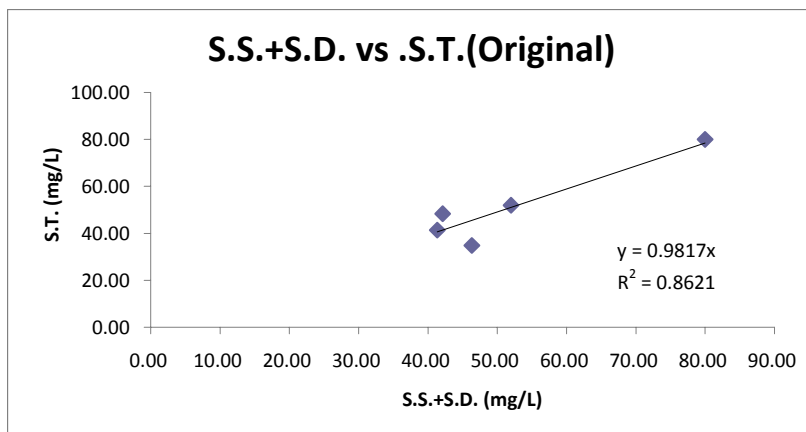
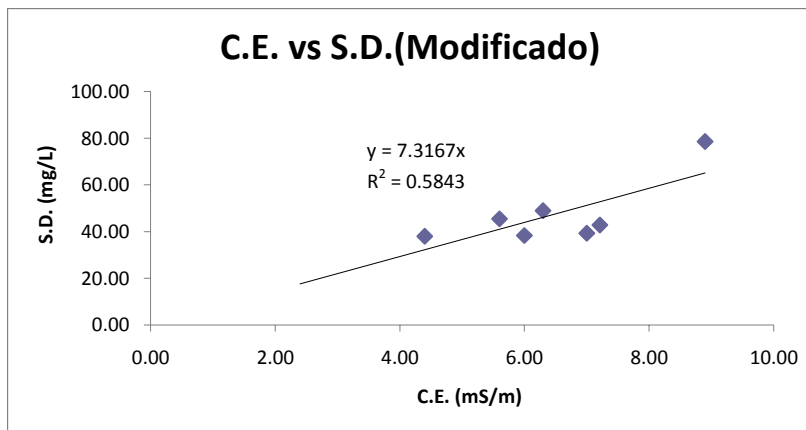
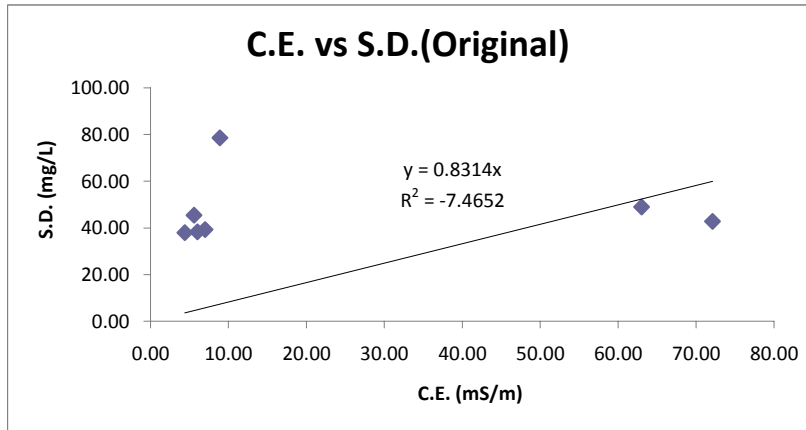
### Monitoring Station 3

Estación 3	C.E.(mS/m) (Original)	C.E.(mS/m) (Modificado)	S.D(mg/L) (Original)	S.T.(mg/L) (Original)	SD+SS(mg/L) (Original)
2004 Temporada Seca	6.00	6.00	38.26	39.33	39.33
2004 Temporada Lluviosa	3.90	3.90	41.93	69.97	69.66
2005 Temporada Seca	64.70	6.50	58.00	65.00	65.00
2005 Temporada Lluviosa	9.30	9.30	68.95	70.50	71.00
2007 Temporada Lluviosa	5.00	5.00	46.07	79.67	50.97
2008 Temporada Seca	6.00	6.00	ND	ND	ND



### Monitoring Station 4

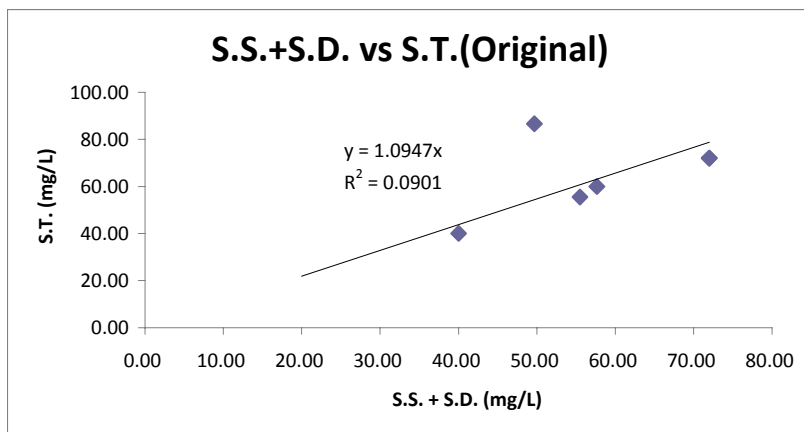
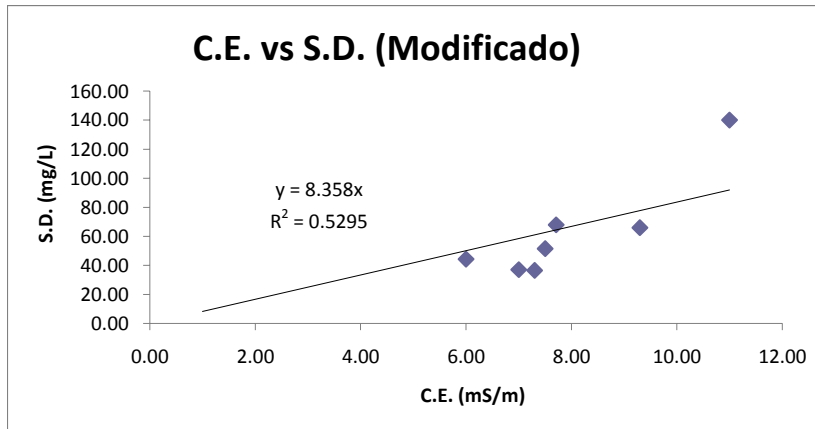
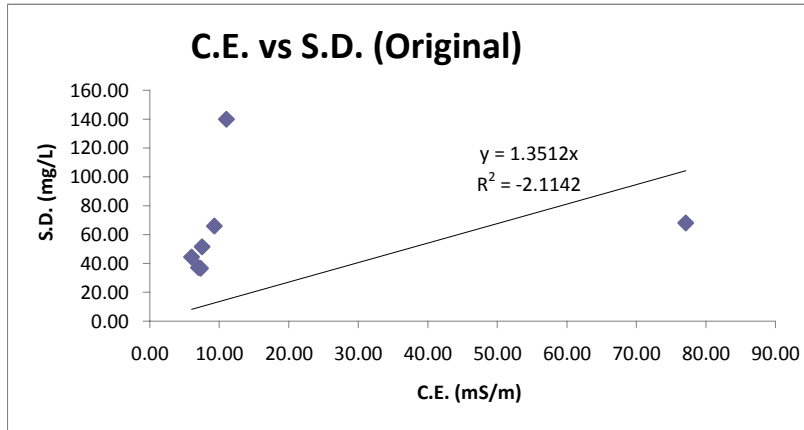
Estación 4	C.E.(mS/m) (Original)	C.E.(mS/m) (Modificado)	S.D(mg/L) (Original)	S.T.(mg/L) (Original)	SD+SS(mg/L) (Original)
2004 Temporada Seca	72.10	7.21	42.83	34.84	46.33
2004 Temporada Lluviosa	4.40	4.40	38.00	41.33	41.33
2005 Temporada Seca	63.00	6.30	49.00	52.00	52.00
2005 Temporada Lluviosa	8.90	8.90	78.55	80.00	80.00
2007 Temporada Lluviosa	6.00	6.00	38.34	48.34	42.11
2008 Temporada Seca	7.00	7.00	39.33	48.67	ND
2008 Temporada Lluviosa	5.60	5.60	45.39	56.64	ND





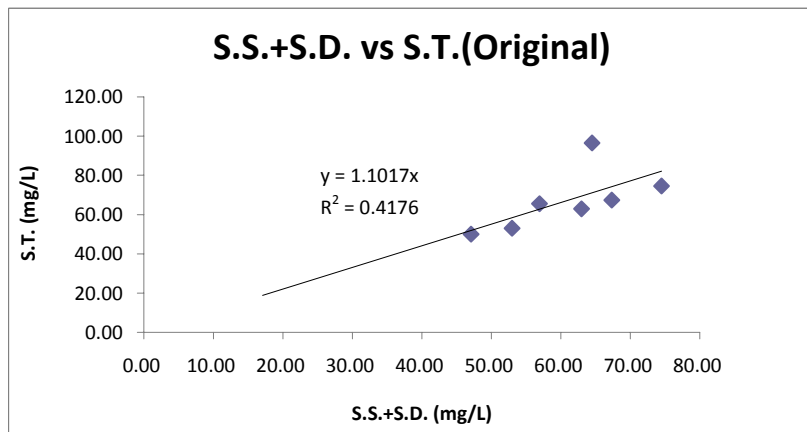
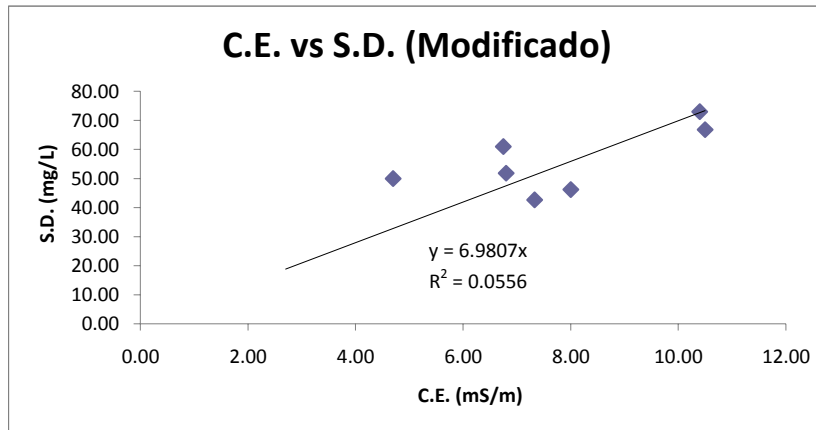
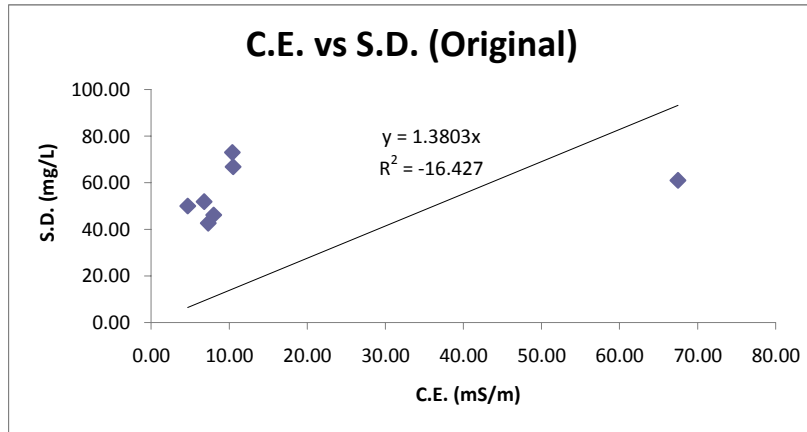
### Monitoring Station 5

Estación 5	C.E.(mS/m) (Original)	C.E.(mS/m) (Modificado)	S.D(mg/L) (Original)	S.T. (mg/L) (Original)	SD+SS(mg/L) (Original)
2004 Temporada Seca	7.00	7.00	37.10	40.00	40.00
2004 Temporada Lluviosa	7.30	7.30	36.55	55.50	55.50
2005 Temporada Seca	77.10	7.71	68.00	72.00	72.00
2005 Temporada Lluviosa	9.30	9.30	65.95	72.00	72.00
2007 Temporada Lluviosa	6.00	6.00	44.34	86.67	49.67
2008 Temporada Seca	11.00	11.00	140.00	159.33	ND
2008 Temporada Lluviosa	7.50	7.50	51.58	60.00	57.66



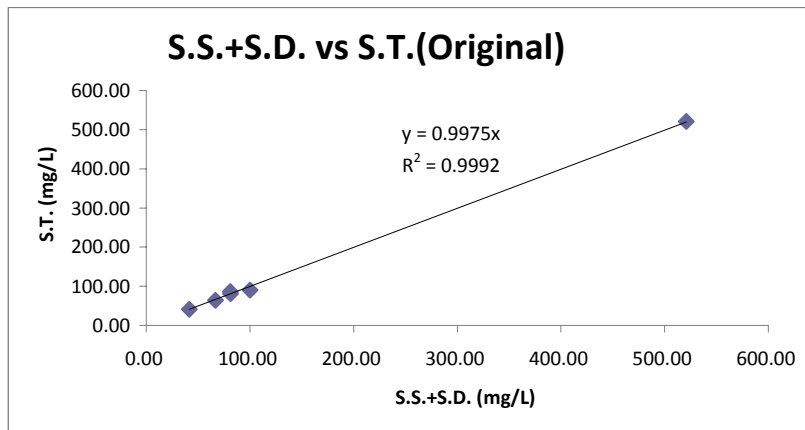
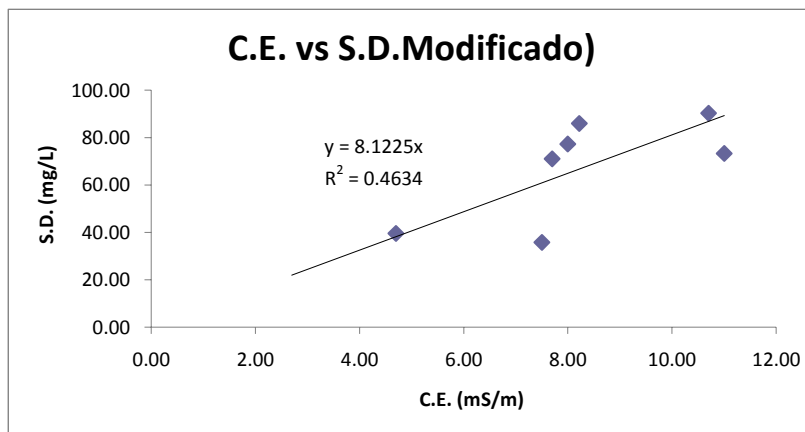
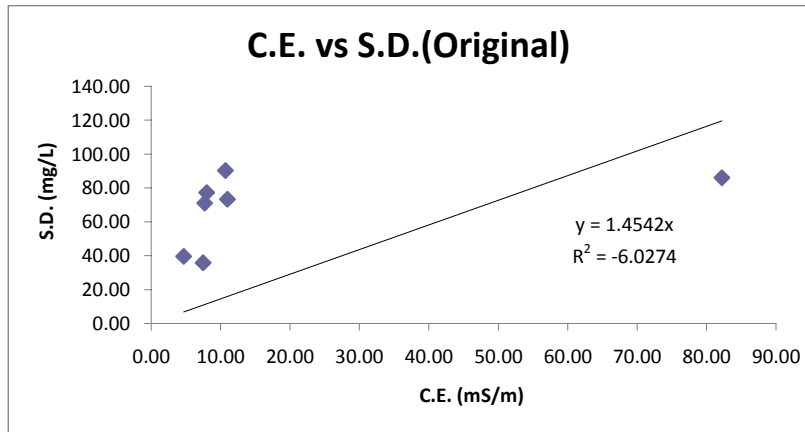
### Monitoring Station 6

Estación 6	C.E.(mS/m) (Original)	C.E.(mS/m) (Modificado)	S.D(mg/L) (Original)	S.T.(mg/L) (Original)	SD+SS(mg/L) (Original)
2004 Temporada Seca	10.50	10.50	66.82	67.34	67.34
2004 Temporada Lluviosa	4.70	4.70	50.00	53.00	53.00
2005 Temporada Seca	67.50	6.75	61.00	63.00	63.00
2005 Temporada Lluviosa	10.40	10.40	72.95	74.50	74.50
2007 Temporada Lluviosa	8.00	8.00	46.17	96.50	64.51
2008 Temporada Seca	7.33	7.33	42.67	50.00	47.07
2008 Temporada Lluviosa	6.80	6.80	51.82	65.55	56.92



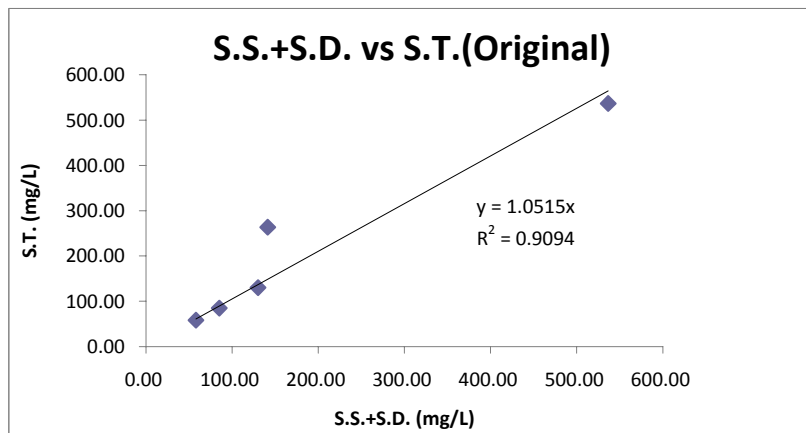
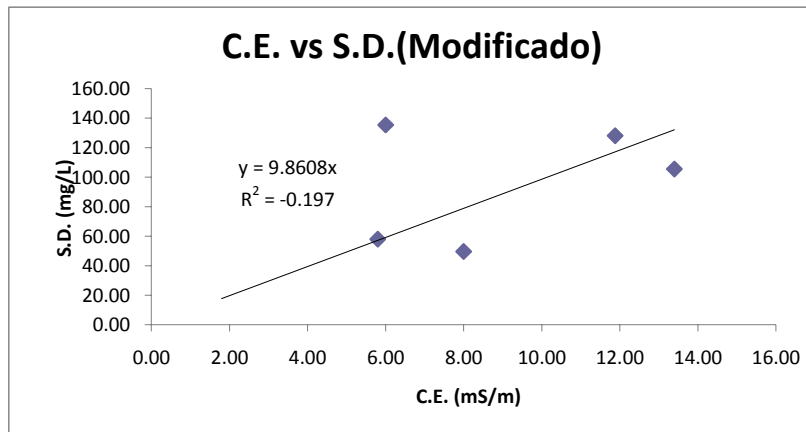
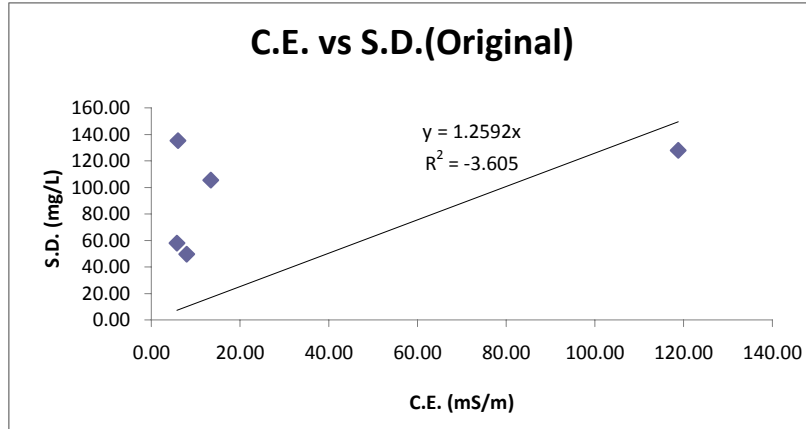
### Monitoring Station 7

Estación 7	C.E.(mS/m) (Original)	C.E.(mS/m) (Modificado)	S.D(mg/L) (Original)	S.T.(mg/L) (Original)	SD+SS(mg/L) (Original)
2004 Temporada Seca	7.50	7.50	35.80	41.50	41.50
2004 Temporada Lluviosa	4.70	4.70	39.60	64.00	66.70
2005 Temporada Seca	82.20	8.22	86.00	90.00	100.00
2005 Temporada Lluviosa	10.70	10.70	90.25	521.00	521.00
2007 Temporada Lluviosa	8.00	8.00	77.33	81.33	81.33
2008 Temporada Seca	11.00	11.00	73.33	77.33	ND
2008 Temporada Lluviosa	7.70	7.70	71.02	86.36	81.02



### Monitoring Station 8

Estación 8	C.E.(mS/m) (Original)	C.E.(mS/m) (Modificado)	S.D(mg/L) (Original)	S.T.(mg/L) (Modificado)	SD+SS(mg/L) (Modificado)
2004 Temporada Seca	8.00	8.00	49.70	58.00	58.00
2004 Temporada Lluviosa	5.80	5.80	57.95	85.00	85.00
2005 Temporada Seca	118.80	11.88	128.00	130.00	130.00
2005 Temporada Lluviosa	13.40	13.40	105.50	536.50	536.50
2007 Temporada Lluviosa	6.00	6.00	135.34	263.44	141.41



Apéndice 3.24 La materia de la presentación: Valor general sobre CE



Tabla1--- Valor de Conductividad Eléctrica

	Valor(m S/m)	La resisitencia específica(25 <sup>o</sup> )
Agua Ultrapura	<0.01	18MΩ-cm
Agua Pura	0.10	1MΩ-cm
Agua de Grifo	10 ~20	
Agua del Mar	5,000	
Salsa Soya	10,000	
Ácido Clorhídrico(20%) HCl	85,000	
Leche	481	
Agua Embotellada	10.6	
Coca cola Dieta	76±2	
Coca Cola	77±2	
Cerveza	191±2	
Jugo de Naranja	371	

Fórmula de correlación entre Solido disuelto y conductividad Eléctrica

a)--- Solido disuelto Y(mg)

b)--- conductividad Eléctrica X(m S/m)

$$Y = 0.758X^{0.984}$$





Apéndice 3.25 La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar sobre el análisis de Hg



**AUDITORÍA INTERNA  
SECCIÓN DE METALES  
FEBRERO 01, 2011**

**PARÁMETRO : HG EN AGUAS  
EQUIPO : RA915  
ANALISTA: OLMEDO PÉREZ  
ACTIVIDAD: VERIFICACIÓN DEL  
PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS  
INSTRUMENTO: LISTA DE VERIFICACIÓN**

Área de estudio auditada: Metales		Fecha de Auditoría: Febrero 01, 2011
		Auditado: Olmedo Pérez Núñez
<b>Artículos Verificados</b>		Conclusiones de la Auditoría
<b>Artículos Verificados</b>	<b>Conformidad/No conformidad</b>	<b>Descripción (Detalles) de Conformidad/No conformidades</b>
<b>1. Verificación inicial:</b> Instrumentación/Equipo equipo de vidrio, agua libre de mercurio	O	
<b>2. Encendido:</b> • Interruptor Principal • Encendido de la lámpara • Fijar botón/perilla en celda corta (short cell) • Encendido de la PC	O	
<b>3. En menú principal del computador (PC)</b> • Seleccionar el programa • Seleccionar modo LÍQUIDO • Seleccionar modo GRÁFICO	O	
<b>4. Verter 10 mL de SnCl<sub>2</sub> al (impiger #1)</b>	O	
<b>5. Inicie el bombeo</b> • Ajuste el flujo (mL/min) • Espere 5 minutos		
<b>6. Calibración:</b> En el Computador seleccione el comando Verificación de línea base (Línea roja, línea azul) La línea azul no debe ser de menos de 15000 arb.	O	
Conformidad: O No Conformidad Significativa: A No Conformidad Media: B Confirmación: C		

Área de estudio auditada: Metales	Fecha de Auditoría: Febrero 01, 2011	
	Auditado: Olmedo Pérez Núñez	
<b>Artículos Verificados</b>	Conclusiones de la Auditoría	
<b>Artículos Verificados</b>	<b>Conformidad/No conformidad</b>	<b>Descripción (Detalles) de Conformidad/No conformidades</b>
<b>7. En el Computador:</b> Seleccione <i>BLANK</i> Presione el comando "tabla" en la barra de herramientas del programa para acceder a la tabla de análisis de líquidos y agregar en cada volumen. Inyecte 1 mL del blanco en el Impinger #1. Espere 60 segundos.	O	
<b>8. En el Computador:</b> Seleccione <i>STANDARD</i> Presione el comando "tabla" en la barra de herramientas del programa para acceder a la tabla de análisis de líquidos y agregar en cada volumen. Inyecte xx mL del STD en el Impinger #1. XX= 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 Repita el paso anterior (No deje burbujas de aire en la pipeta)	B	La curva obtenida fue de sólo 3 inyecciones, se habían sugerido 5. Por otro lado, el área de la inyección de 0.8 mL fue mayor que la de la inyección de 1.2 mL
<b>9. Análisis de la muestra:</b> En el computador (PC) haga click en verificar la línea base.	O	
<b>10. En el computador (PC)</b> Presione <i>START</i> Inyecte 1 mL de la muestra al impinger #1 Espere 60 segundos Presione el comando "tabla" en la barra de herramientas del programa para acceder a la tabla de análisis de líquidos y agregar en cada volumen. Repita el análisis de la muestra. (No suspenda la efervescencia)	A	No hubo repetición de análisis de muestra.

3

<b>10. En el computador (PC)</b> Presione <i>START</i> Inyecte 1 mL de la muestra al impinger #1 Espere 60 segundos Presione el comando "tabla" en la barra de herramientas del programa para acceder a la tabla de análisis de líquidos y agregar en cada volumen. Repita el análisis de la muestra. (No suspenda la efervescencia durante el análisis) Si el volumen total de la muestra estuviese en 10 mL escurra el contenido y reinicie el análisis de muestra.	A	No hubo repetición de análisis de muestra.
<b>11. Exporte la data a EXCEL</b> para analizar la concentración de Hg.	C	Hace falta practicar con el software para análisis de datos.
<b>12. Una vez terminado el análisis</b> de la muestra, apague la bomba y drene el impinger #1 hacia una botella de desecho. Enjuague el tubo con agua pura.	A	No drenó el contenido del tubo #1, ni realizó el enjuague del mismo.
Conformidad: O No Conformidad Significativa: A No Conformidad Media: B Confirmación: C		

4

Apéndice 3.26 La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar sobre el análisis de coliforme





AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE

DIRECCIÓN DE PROTECCIÓN DE LA CALIDAD  
AMBIENTAL

LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL

SECCIÓN DE MICROBIOLOGÍA

1



## Verificación de Auditoria Interna

- Técnica de filtración de membrana
- Determinación de Coliformes Totales y Fecales
- SM 9222B y SM9222D
- Conformidad:O,  
No Conformidad Significativa:A,  
No Conformidad Media:B,  
Confirmación :C



2

ISO17025 Lista de Verificación de Auditoría Interna		RegistroNo.
Preliminar de Coliformes totales y fecales (control de documentos)		Revisión: 3
Método : Técnica de filtración de membrana	Fecha de Auditoría : 27 Mayo, 2011	
Auditor : Lic. Ana Raquel Tuñón	Auditado : Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy	
Artículos Verificados	Conclusiones de la Auditoría	
	Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades
1.Registro de datos para análisis de agua superficial en los formularios: F-013 "Registro de Condiciones Ambientales" F-046 "Control de temperatura de incubadoras"	O	Se realiza al inicio y al final de cada jornada.
2. Utilizar agente desinfectante (Cl 2% o OH 70%) en las mesas de trabajo.		
3. Cristalería estéril Véase el formulario: F- 048 "Control de ciclos de esterilización"		
4. Selección de 3 volúmenes de una muestra para realizar las diluciones		
5. Colocar una membrana de filtro estéril sobre el embudo poroso del sistema. (portafiltro)		
6. Colocar el vaso del sistema y sujetarlo.		



**F-013 "Registro de Condiciones Ambientales"**

**F-046 "Control de temperatura de incubadoras"**





ISO17025 Lista de Verificación de Auditoría Interna Preliminar de Coliformes totales y fecales (control de documentos)		Registro No. - - Revisión: 3
Método : Técnica de filtración de membrana	Fecha de Auditoría : 27 Mayo, 2011	
Auditor : Lic. Ana Raquel Tuñón	Auditado : Lic. Dionis Alejandro Díaz Monroy	
Artículos Verificados	Conclusiones de la Auditoría	
	Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades
1.Registro de datos para análisis de agua superficial en los formularios: F-013 "Registro de Condiciones Ambientales" F-046 "Control de temperatura de incubadoras"	O	Se realiza al inicio de cada jornada.
2. Utilizar agente desinfectante (Cl 2% o OH 70%) en las mesas de trabajo.	C	Solo colocar sobre la mesa de trabajo los materiales a utilizar.
3. Cristalería estéril Véase el formulario: F- 048 "Control de ciclos de esterilización"	O	Se comprueba utilizando cinta reveladora de esterilización.
4. Selección de 3 volúmenes de una muestra para realizar las diluciones		
5. Colocar una membrana de filtro estéril sobre el embudo poroso del sistema. (portafiltro)		
6. Colocar el vaso del sistema y sujetarlo.		



### Cristalería estéril



ISO17025 Lista de Verificación de Auditoría Interna Preliminar de Coliformes totales y fecales (control de documentos)	RegistroNo. Revisión: 3													
Método : Técnica de filtración de membrana	Fecha de Auditoría : 27 Mayo, 2011													
Auditor : Lic. Ana Raquel Tuñón	Auditado : Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy													
Artículos Verificados	Conclusiones de la Auditoría													
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Conformidad/ No Conformidad</th> <th>Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>O</td> <td>Se realiza al inicio de cada jornada.</td> </tr> <tr> <td>C</td> <td>Solo colocar sobre la mesa de trabajo los materiales a utilizar.</td> </tr> <tr> <td>O</td> <td>Se comprueba utilizando cinta reveladora de esterilización.</td> </tr> <tr> <td>B</td> <td>El orden de realización de las diluciones debe ser secuencial, con la menor manipulación posible y demostrando destreza.</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades	O	Se realiza al inicio de cada jornada.	C	Solo colocar sobre la mesa de trabajo los materiales a utilizar.	O	Se comprueba utilizando cinta reveladora de esterilización.	B	El orden de realización de las diluciones debe ser secuencial, con la menor manipulación posible y demostrando destreza.			
Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades													
O	Se realiza al inicio de cada jornada.													
C	Solo colocar sobre la mesa de trabajo los materiales a utilizar.													
O	Se comprueba utilizando cinta reveladora de esterilización.													
B	El orden de realización de las diluciones debe ser secuencial, con la menor manipulación posible y demostrando destreza.													
1.Registro de datos para análisis de agua superficial en los formularios: F-013 "Registro de Condiciones Ambientales" F-046 "Control de temperatura de incubadoras"														
2. Utilizar agente desinfectante (Cl 2% o OH 70%) en las mesas de trabajo.														
3. Cristalería estéril Véase el formulario: F- 048 "Control de ciclos de esterilización"														
4. Selección de 3 volúmenes de una muestra para realizar las diluciones														
5. Colocar una membrana de filtro estéril sobre el embudo poroso del sistema. (portafiltro)														
6. Colocar el vaso del sistema y sujetarlo.														



### Las diluciones




8

ISO17025 Lista de Verificación de Auditoría Interna Preliminar de Coliformes totales y fecales (control de documentos)	Registro No. Revisión: 3													
Método : Técnica de filtración de membrana	Fecha de Auditoría : 27 Mayo, 2011													
Auditor : Lic. Ana Raquel Tuñón	Auditado : Lic. Dionis Alejandro Díaz Monrroy													
Artículos Verificados	Conclusiones de la Auditoría													
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Conformidad/ No Conformidad</th> <th>Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>O</td> <td>Se realiza al inicio de cada jornada.</td> </tr> <tr> <td>C</td> <td>Solo colocar sobre la mesa de trabajo los materiales a utilizar.</td> </tr> <tr> <td>O</td> <td>Se comprueba utilizando cinta reveladora de esterilización.</td> </tr> <tr> <td>B</td> <td>El orden de realización de las diluciones debe ser secuencial, con la menor manipulación posible y demostrando destreza.</td> </tr> <tr> <td>O</td> <td></td> </tr> <tr> <td>C</td> <td>Verificar que el sistema esta correctamente sujeto, para así evitar derrames.</td> </tr> </tbody> </table>	Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades	O	Se realiza al inicio de cada jornada.	C	Solo colocar sobre la mesa de trabajo los materiales a utilizar.	O	Se comprueba utilizando cinta reveladora de esterilización.	B	El orden de realización de las diluciones debe ser secuencial, con la menor manipulación posible y demostrando destreza.	O		C
Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades													
O	Se realiza al inicio de cada jornada.													
C	Solo colocar sobre la mesa de trabajo los materiales a utilizar.													
O	Se comprueba utilizando cinta reveladora de esterilización.													
B	El orden de realización de las diluciones debe ser secuencial, con la menor manipulación posible y demostrando destreza.													
O														
C	Verificar que el sistema esta correctamente sujeto, para así evitar derrames.													



**Filtro estéril**




**(Portafiltro)**




Artículos Verificados	Conclusiones de la Auditoría	
	Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades
7. Filtrar la muestra con vacío parcial.	C	Estar pendiente del funcionamiento de la bomba.
8. Luego de filtrar, realizar los lavados con agua peptonada al sistema.	C	Se realizan 3 lavados al sistema, no dejar que el agua se acumule. Esta debe filtrarse inmediatamente.
9. Una vez finalizado el proceso de filtración, retirar el vaso y remover el filtro de membrana.	O	
10. Colocar el filtro en un respectivo plato petri que contiene medio de cultivo selectivo para Coliformes totales y fecales.	O	
11. Incubar a temperatura de $35^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ por 22 a 24 horas para los Coliformes totales. Incubar a temperatura de $44.5^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ por 22 a 24 horas para los Coliformes fecales. Véase F-046 "Control de temperatura de incubadoras"		
12. Contar ( contar para determinar colonias en filtro de membrana). Registrar los resultados en formulario: F-040 "Hoja de trabajo: Análisis por filtro de membrana"		



### Los lavados con agua peptonada



### Colocar el filtro en un respectivo plato petri



Artículos Verificados	Conclusiones de la Auditoría	
	Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades
7. Filtrar la muestra con vacío parcial.	C	Estar pendiente del funcionamiento de la bomba.
8. Luego de filtrar, realizar los lavados con agua peptonada al sistema.	C	Se realizan 3 lavados al sistema, no dejar que el agua se acumule. Esta debe filtrarse inmediatamente.
9. Una vez finalizado el proceso de filtración, retirar el vaso y remover el filtro de membrana.	O	
10. Colocar el filtro en un respectivo plato petri que contiene medio de cultivo selectivo para Coliformes totales y fecales.	O	
11. Incubar a temperatura de $35^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ por 22 a 24 horas para los Coliformes totales. Incubar a temperatura de $44.5^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ por 22 a 24 horas para los Coliformes fecales. Véase F-046 "Control de temperatura de incubadoras"	C	Se verifica la temperatura 2 veces al día
12. Contar ( contar para determinar colonias en filtro de membrana). Registrar los resultados en formulario: F-040 "Hoja de trabajo: Análisis por filtro de membrana"	O	



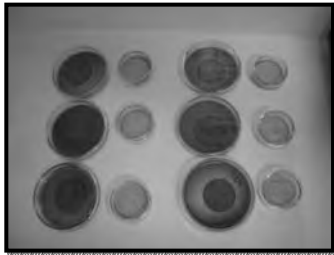
**Incubación**




**Contar**



Artículos Verificados	Conclusiones de la Auditoría	
	Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad / No Conformidades
13. Verificación de Coliformes totales y fecales.	C	Identificación de colonias, temperatura de incubación y medio de cultivo seleccionado.
14. 10. Calcular densidad de Coliformes UFC/100ml = colonias Coliformes contadas x 100 / mL muestra filtrada	O	



GRACIAS



Apéndice 3.27 La materia de la presentación: El procedimiento de la medición y la calculación sobre caudal del río



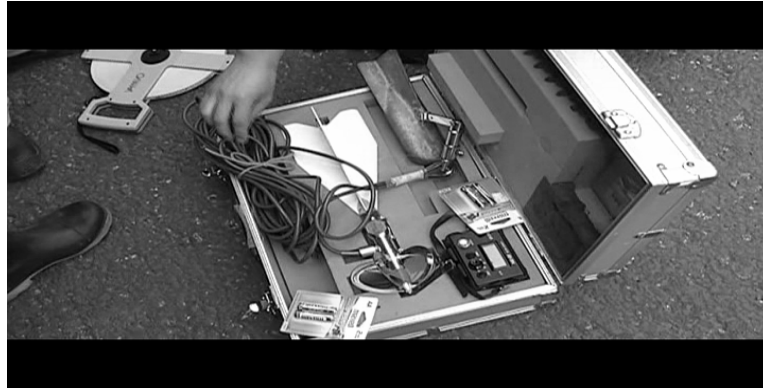


## Medidor de Caudal (Caudalímetro)



autoridad  
nacional del  
ambiente

Elaborado por:  
Lic. Dionis Díaz  
Lic. Olmedo Pérez



## Río Chame



autoridad  
nacional del  
ambiente



**Procedimiento**



**autoridad  
nacional del  
ambiente**



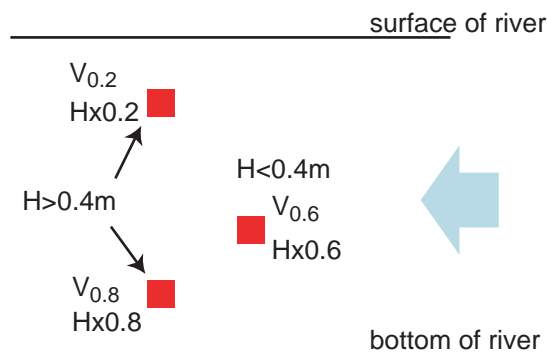
**Resultados**

No	Distancia (m)	Width (m)	Profundidad (m)			Velocidad (m/s)				Area (m2)	Flujo (m3/s)
			Bottom	Surfaces	S - b	V0.6 (D<0.4m)	V0.2 (D<0.4m)	V0.8 (D<0.4m)	Velocidad promedio		
1	0										
2	1	1	9.51	9.44	0.07	0			0.000	0.070	0.000
3	2	1	9.55	9.45	0.1	0			0.000	0.100	0.000
4	3	1	9.62	9.48	0.14	0			0.000	0.140	0.000
5	4	1	9.72	9.48	0.24	0			0.000	0.240	0.000
6	5	1	9.82	9.48	0.34	0.15			0.150	0.340	0.051
7	6	1	9.92	9.48	0.44	0.182			0.182	0.440	0.080
8	7	1	10.02	9.54	0.48	0.181			0.181	0.480	0.087
9	8	1	10.2	9.5	0.7	0.197			0.197	0.700	0.138
10	9	1	10.3	9.5	0.8	0.205			0.205	0.800	0.164
11	10	1	10.42	9.48	0.94	0.236			0.236	0.940	0.222
12	11	1	10.52	9.45	1.07	0.206			0.206	1.070	0.220
13	12	1	10.59	9.5	1.09	0.093			0.093	1.090	0.101
14	13	1	10.76	9.5	1.26	0.173			0.173	1.260	0.218
15	14	1	10.82	9.5	1.32	0			0.000	1.320	0.000
16	15	1	10.98	9.5	1.48	0			0.000	1.480	0.000
17	16	1	11	9.48	1.52		0.125	0	0.063	1.520	0.095
18	17	1	10.96	9.5	1.46	0			0.000	1.460	0.000
19	18	1.06	10.85	9.51	1.34	0			0.000	1.420	0.000
20	19.12										
21									total		1.376



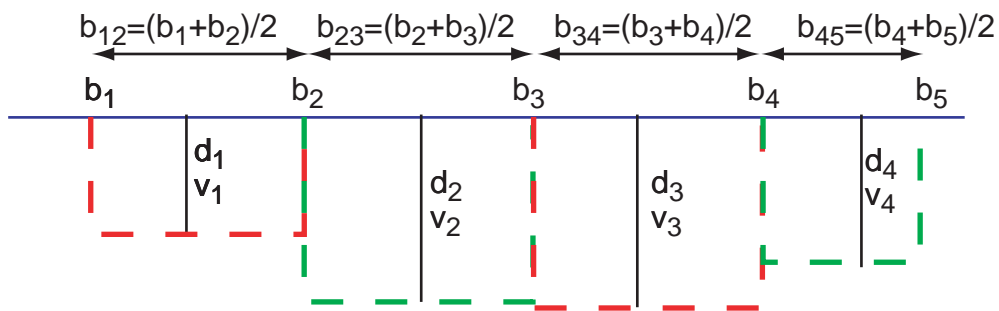
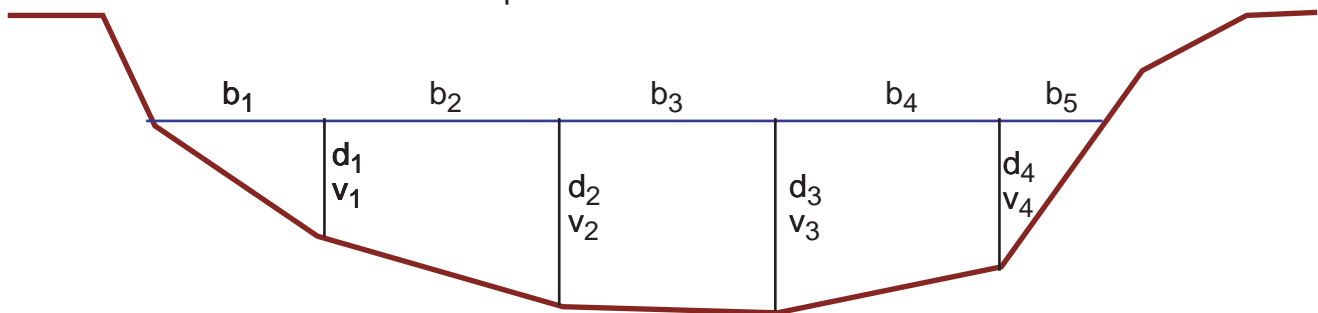
**GRACIAS!!!**

Measurement of flow velocity



When  $H > 0.4m$ , velocity =  $(V_{0.2} + V_{0.8})/2$

example: divided in 4 sections



Discharge,  $Q = \text{velocity} \times \text{area}$

area 1 =  $b_{12} \times d_1$

discharge 1 = area 1  $\times v_1$

area 3 =  $b_{34} \times d_3$

discharge 3 = area 3  $\times v_3$

area 2 =  $b_{23} \times d_2$

discharge 2 = area 2  $\times v_2$

area 4 =  $b_{45} \times d_4$

discharge 4 = area 4  $\times v_4$

Discharge,  $Q = \text{discharge 1} + \text{discharge 2} + \text{discharge 3} + \text{discharge 4}$

Nombre de equipo \_\_\_\_\_

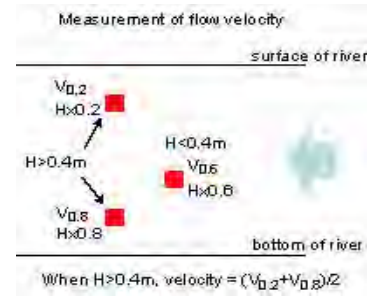
Ubicación \_\_\_\_\_

Coordenada \_\_\_\_\_

Fecha \_\_\_\_\_

Hora de comienzo \_\_\_\_\_

Hora de término \_\_\_\_\_



Flujo total \_\_\_\_\_


No	Distancia (m)	Width (m)	Profundidad (m)			Velocidad (m/s)				Area (m2)	Flujo (m3/s)
			Bottom b	Surface s	S - b	V0.6 (D<0.4m)	V0.2 (D<0.4m)	V0.8 (D<0.4m)	Velocidad romedio		
1	0										
2	1	1	9.51	9.44	0.07	0			0.000	0.070	0.000
3	2	1	9.55	9.45	0.1	0			0.000	0.100	0.000
4	3	1	9.62	9.48	0.14	0			0.000	0.140	0.000
5	4	1	9.72	9.48	0.24	0			0.000	0.240	0.000
6	5	1	9.82	9.48	0.34	0.15			0.150	0.340	0.051
7	6	1	9.92	9.48	0.44	0.182			0.182	0.440	0.080
8	7	1	10.02	9.54	0.48	0.181			0.181	0.480	0.087
9	8	1	10.2	9.5	0.7	0.197			0.197	0.700	0.138
10	9	1	10.3	9.5	0.8	0.205			0.205	0.800	0.164
11	10	1	10.42	9.48	0.94	0.236			0.236	0.940	0.222
12	11	1	10.52	9.45	1.07	0.206			0.206	1.070	0.220
13	12	1	10.59	9.5	1.09	0.093			0.093	1.090	0.101
14	13	1	10.76	9.5	1.26	0.173			0.173	1.260	0.218
15	14	1	10.82	9.5	1.32	0			0.000	1.320	0.000
16	15	1	10.98	9.5	1.48	0			0.000	1.480	0.000
17	16	1	11	9.48	1.52		0.125	0	0.063	1.520	0.095
18	17	1	10.96	9.5	1.46	0			0.000	1.460	0.000
19	18	1.06	10.85	9.51	1.34	0			0.000	1.420	0.000
20	19.12										
21											
22											
23											
24											
25											
Total											1.376




Apéndice 3.28 La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar sobre el análisis de detergente






**autoridad nacional del ambiente**




AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE  
 DIRECCION DE PROTECCION DE LA CALIDAD AMBIENTAL  
 LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL  
 SECCION DE FISICOQUIMICA

1

## OBJETIVO

- Realizar ensayo de auditoría interna para evaluar la técnica empleada en la prueba de surfactantes en el área de análisis fisicoquímico del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM en conjunto con los expertos de JICA



2

## VERIFICACION DE AUDITORIA INTERNA


- Prueba de surfactantes
- SM 5540-C
- Conformidad: O
- No Conformidad Significativa: A
- No Conformidad Media: B
- Confirmación: C



3

## LISTA DE VERIFICACIÓN


Área de Auditoría: Fisicoquímica (LABCA)		Fecha de Auditoría: 23 Y 24 de noviembre 2011
Auditor: Janell Mague	Área de Estudio (Auditada): Fisicoquímica	Auditado: Lizbeth Brito
Conclusiones de la Auditoría		
Artículos Verificados	Conformidad/No conformidad	Descripción (Detalles de Conformidad/No conformidad)
1. Verificación de limpieza de la cristalería	O	Se verifica antes de preparar los reactivos
2. Verificación de los Equipos	O	
3. Preparación de los reactivos	O	Se deben preparar un día antes de realizar la prueba
4. Preparación de estándares de referencia (IRBAS)	A	No contaba con la hoja el procedimiento para la preparación, posible contaminación por traspasar



4

## LISTA DE VERIFICACIÓN


Área de Auditoría: Fisicoquímica (LABCA)		Fecha de Auditoría: 23 Y 24 de noviembre 2011
Auditor: Janell Mague	Área de Estudio (Auditada): Fisicoquímica	Auditado: Lizbeth Brito
Conclusiones de la Auditoría		
Artículos Verificados	Conformidad/No conformidad	Descripción (Detalles de Conformidad/No conformidad)
5. Preparación de las muestras	A	Possible contaminación por traspasar
6. Extracción con cloroformo y solución de lavado	O	Tiempo de espera para cada extracción es de 20 min.
7. Configuración de modo de operación	C	Se ajusta la longitud de onda para el método
8. Lectura en el espectrofotómetro UV-visible	C	Limpieza de las celdas



5

## LISTA DE VERIFICACIÓN

Área de Auditoría: Fisicoquímica (LABCA)		Fecha de Auditoría: 23 y 24 de noviembre 2011
Auditor: Janell Mague	Área de Estudio (Auditada): Fisicoquímica	Auditado: Lizbeth Brito
Conclusiones de la Auditoría		
Artículos Verificados	Conformidad/No conformidad	Descripción (Detalles de Conformidad/No conformidad)
9. Adquisición de Datos	O	
10. Apagar y limpiar área del espectrofotómetro	C	realizar al momento de terminar la lectura
11. Desecho de muestras y estándares (Según documento de calidad)	C	Se desecharon en un frasco oscuro
12. Preparación y ubicación de cristalería para su lavado	O	



6



Apéndice 3.29 La materia de la presentación: El resultado de la auditoría interna preliminar sobre el control del registro



Internal Audits Record	Form No. :	Revision No. : R-	(Nov. 2011 prepared)
------------------------	------------	-------------------	----------------------

1/2

<b>ISO17025 Lista de Verificación de Prueba de Auditoría Interna sobre “Control de Registro” (borrador)</b>		Registro No. : 003 - 12
		Fecha de Auditoría : 18 Mayo 2012
Auditor : Mg. Marcia González J.		Auditado: Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM
<b>Artículos Verificados</b>	<b>Resultado de Auditoría</b>	
	Conformidad/ No Conformidad	Descripción (Detalles) de Conformidad/ No Conformidades
1. General El laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM establece y mantiene procedimientos para: 1) la identificación, 2) la recolección, 3) la indexación, 4) el acceso, 5) el archivo, 6) el almacenamiento, 7) el mantenimiento y 8) la eliminación del registro de la calidad y técnico.	1.  1) C   2) ○ 3) ○ 4) ○ 5) ○ 6) ○ 7) ○ 8) ○	➤ Falta colocar la numeración del Plan de Muestreo. ➤ Falta añadir el número de Cadena de custodia en el Informe de Análisis.
2. Los registros son legibles, almacenando, y conservarse de tal forma que sean fácilmente encontrar en instalaciones que provean un ambiente adecuado para evitar daños o deterioro y para evitar la pérdida.	2. ○	
3. Establecido registro de tiempo de retención	3. ○	
4. El Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM cuenta con procedimientos para proteger y tener “back-up” sobre los registros almacenados en dato digital y para prevenir el acceso de no autorizado o modificación de dichos registros.	4. ○	

**Nota:** Conformidad : ○,  
No Conformidad Significativa : A, No Conformidad Media : B, Confirmación : C

<b>Internal Audits Record</b>	<b>Form No. :</b>	<b>Revision No. : R-</b>	<b>(Nov. 2011 prepared)</b>
-------------------------------	-------------------	--------------------------	-----------------------------

2/2

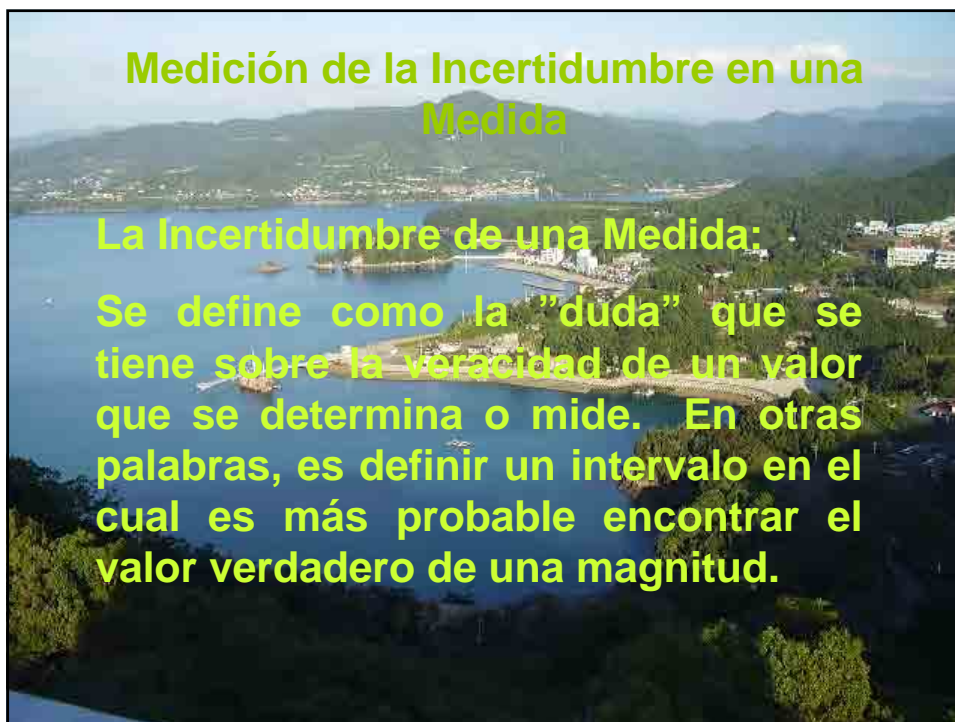
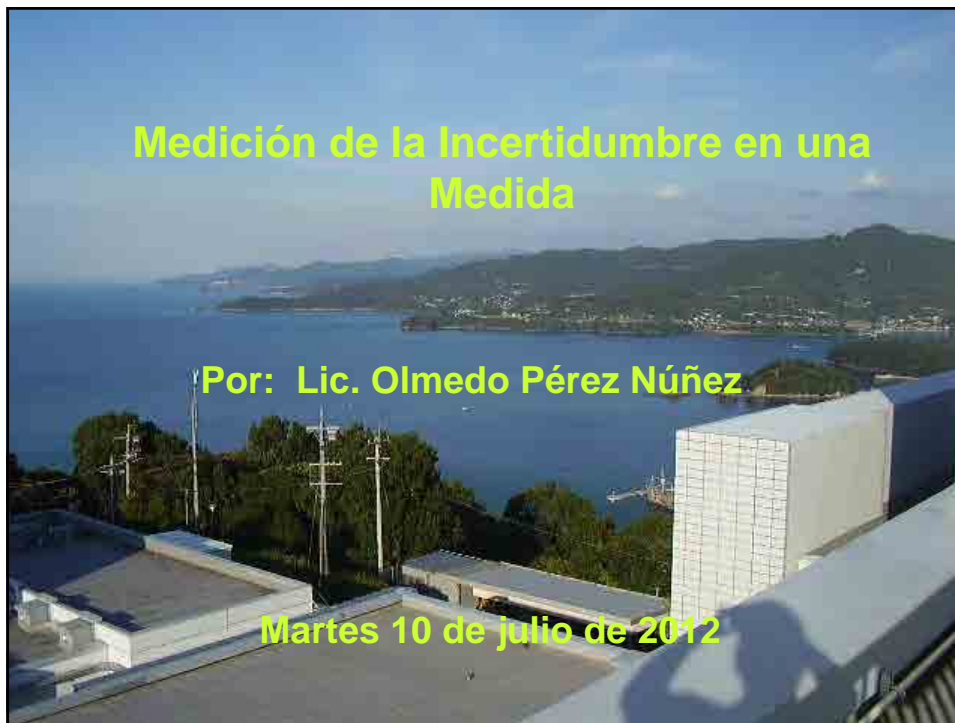
5. El Registro técnico del Laboratorio de Calidad Ambiental de la ANAM almacena registros de las observaciones originales (dato de muestreo), registro de calibración, y la copia de cada informe de ensayo o certificado de calibración expedido por período definido.	5. ○	
6. El registro incluye la identidad de personal responsable de muestreo, la realización de cada prueba y / o calibración y verificación de los resultados.	6. ○	
7. Cuando ocurren errores en los registros, cada error debe estar tachado. No borre y no hecho ilegible ni eliminado, y escriba el valor correcto al margen.	7. B	➤ El resultado de análisis en el registro esta remarcado.
8. Todas las modificaciones de los registros están firmados o iniciados por la persona que hace la corrección.	8. B	➤ La modificación en el registro no tiene firma ni rúbrica.
9. En el caso de registros almacenados por digital, se toman medidas adecuadas para evitar la pérdida o cambio de los datos originales.	9. ○	
<input type="checkbox"/> <b>Confirmación de acción correctiva en anteriores auditorías internas o externas</b> ( )		
<b>Preparación de la Lista de Verificación:</b> El Auditor :	<b>Fecha</b>	<b>Aprobación de la Lista de Verificación:</b> Gerente de Calidad :
	Firma	
		<b>Registro :</b> <b>Líder de Auditor :</b>
	Firma	
		<b>Fecha</b>
		Firma

**Nota:** Conformidad : ○,  
 No Conformidad Significativa : A, No Conformidad Media : B, Confirmación : C

Apéndice 3.30 La materia de la presentación: El cálculo de incertidumbre







## Medición de la Incertidumbre en una Medida

Estimación de la Incertidumbre de una Medida:

1. **MODELAR:** Identificar la magnitud y expresarla matemáticamente en una ecuación. Ejemplo:  $A = X$  (S.D. +/- Y)
2. **IDENTIFICAR LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE:** La repetibilidad, la calibración del Patrón de Referencia, la resolución del instrumento, otros...
3. **CUANTIFICAR LA MAGNITUD:** consiste en determinar el valor más probable del mensurando, por ejemplo, el promedio.

## Medición de la Incertidumbre en una Medida

4. **CUANTIFICAR LAS INCERTIDUMBRES ESTANDÁRES DE LAS MAGNITUDES DE ENTRADA:** la incertidumbre de cada magnitud de entrada o variable es afectada por sus correspondientes Fuentes de Incertidumbre, por lo que deben ser consideradas en dicha estimación.
5. **INTEGRACIÓN DE LAS INCERTIDUMBRES:** una vez que se ha identificado y cuantificado el mensurando, las magnitudes de entrada y las fuentes de incertidumbre se procede a integrarlas de tal forma, que se obtenga un valor de Incertidumbre Total.

## Medición de la Incertidumbre en una Medida

### La Ley de la Propagación de los Errores

La incertidumbre se propaga a toda magnitud, que se derive a partir de una magnitud medida directamente.

a)  $A + B = X_1$  (D.S.  $\pm Y_1$ )

b)  $A - B = X_2$  (D.S.  $\pm Y_2$ )

c)  $A \cdot B = X_3$  (D.S.  $\pm Y_3$ ),  $X_3 = X_A \cdot X_B$  y  $Y_3 = X_3 \cdot \sqrt{(Y_A/X_A)^2 + (Y_B/X_B)^2}$

d)  $A/B = X_4$  (D.S.  $\pm Y_4$ ),  $X_4 = X_A/X_B$  y  $Y_4 = X_4 \cdot \sqrt{(Y_A/X_A)^2 + (Y_B/X_B)^2}$

## Medición de la Incertidumbre en una Medida

Componentes de la Incertidumbre:

➤ **TIPO A:** aquellas que se evalúan por Métodos Estadísticos

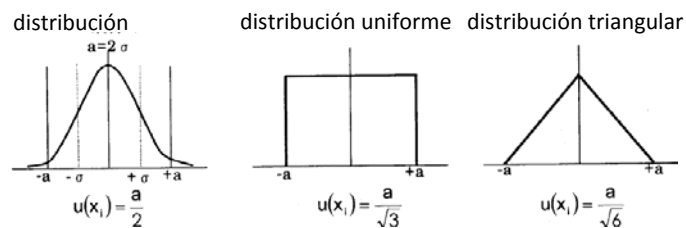
1. Desviación Estándar
2. Regresión de Mínimos Cuadrados

➤ **TIPO B:** aquellas que se evalúan haciendo uso de información relevante disponible.

1. Datos previos a la medición
2. Las propiedades de los materiales e instrumentos involucrados.
3. Especificaciones del fabricante del equipo.
4. Datos proporcionados por reportes de calibración.
5. Incertidumbres de los datos de referencia extraídos de los manuales.
6. Etc.

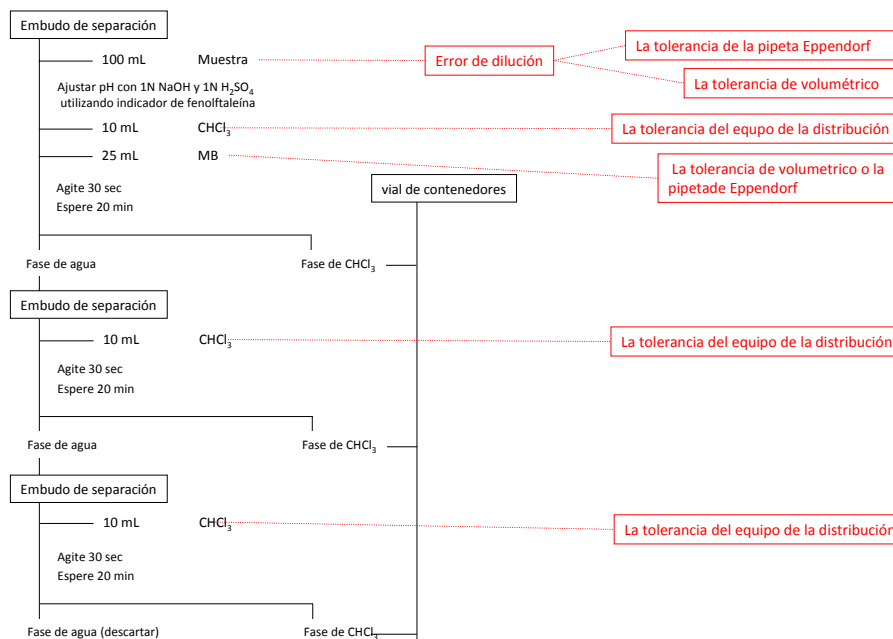
## Evaluación del método de la incertidumbre para la medición

	distribución	referencia
<b>Type A</b>	•Distribución normal	•Desviación estándar sobre la prueba de la repetibilidad
<b>Type B</b>	•Distribución uniforme •Distribución triangular	•Documento de especificación •Valor de compensación •Datos de capacidad

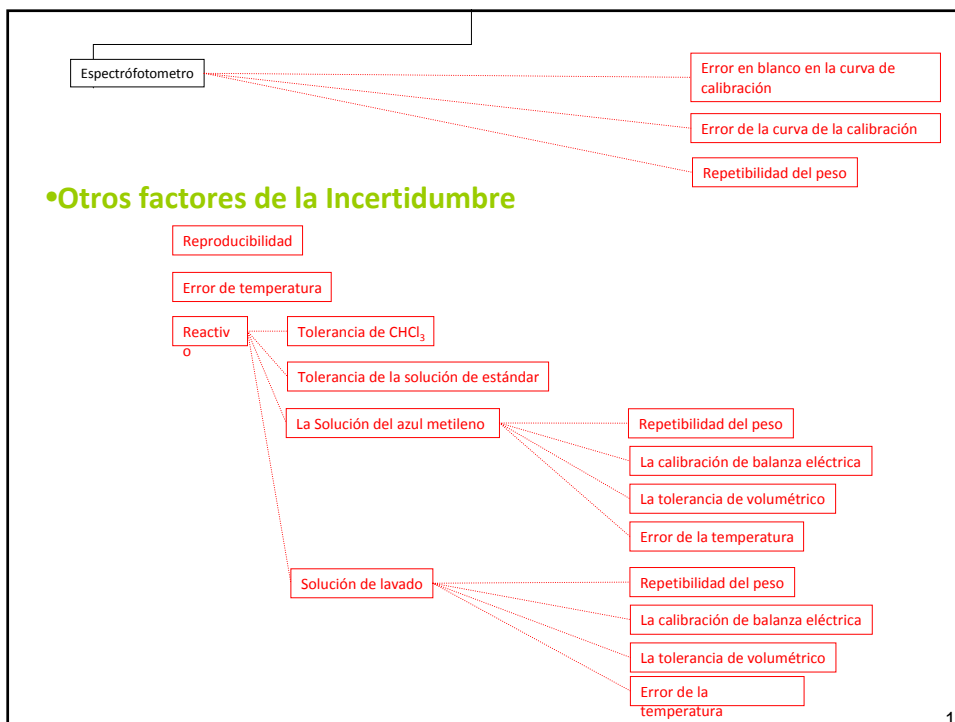
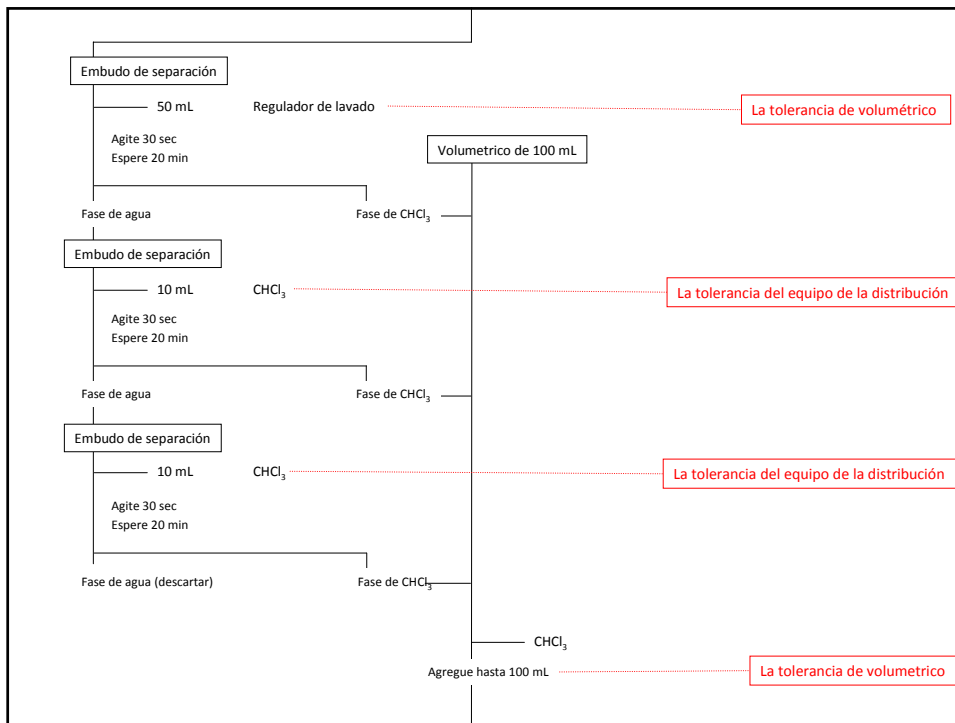


7

## Medición de la Incertidumbre en una Medida



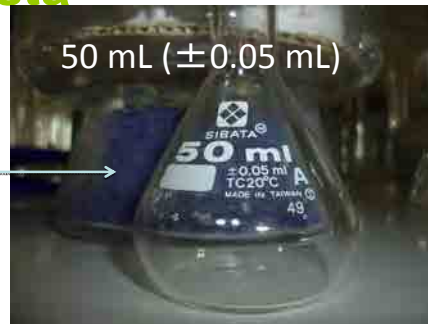
8





# Respuesta

NaCl 2 g (S.D.  $\pm 0.02$ g)



Solución NaCl = X g/L ( $\pm Y$  g/L)

$$X = 2 * 1000 / 50 = 40 \text{ (g/L)}$$

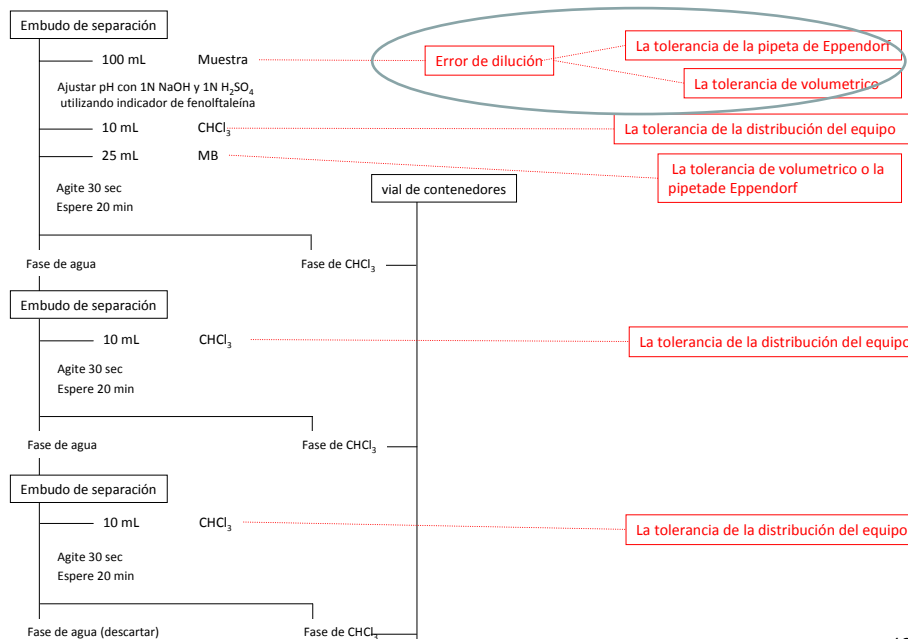
$$Y = 40 \sqrt{\{0.01^2 + (0.001 / \sqrt{3})^2\}}$$

Peso NaCl	=	2 (g)
Incertidumbre estándar	=	$\pm 0.02$ (g)
Incertidumbre estándar relativa	=	$\pm 0.02 / 2 = \pm 0.01$ ( $\pm 1\%$ )

Volumen total	=	50 (mL)
Tolerancia de frasco volumétrico	=	$\pm 0.05$ (mL)
Incertidumbre estándar	=	$\pm 0.05 / \sqrt{3}$ (mL)
Incertidumbre estándar relativa	=	$\pm 0.05 / \sqrt{3} / 50 = \pm 0.001 / \sqrt{3}$

11

## •Extracción del factor de la incertidumbre a través del procedimiento de la medición



12

# Error de Dilución

Distribución de "Solución estándar de LAS"

Volumen de "Solución estándar de LAS" =	X (mL)
Tolerancia de pipeta Eppendorf =	$\pm Y$ (mL)
Incertidumbre estándar =	$\pm Y/\sqrt{3}$ (mL)
Incertidumbre estándar relativa =	$\pm Y/\sqrt{3}/X$

Se llena el frasco de volumétrico hasta 100mL

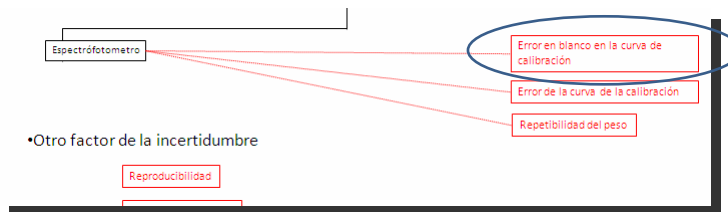
Volumén total =	100 mL
Tolerancia de frasco volumétrico =	$\pm Z$ mL
Incertidumbre estándar =	$\pm Z/\sqrt{3}$ (mL)
Incertidumbre estándar relativa =	$\pm Z/\sqrt{3}/100$

∴ Incertidumbre estándar relativa =  $\sqrt{\{(Y/\sqrt{3}/X)^2 + (Z/\sqrt{3}/100)^2\}}$

∴ Error de dilución (mL) = Volumen total \* Incertidumbre estándar relativa

13

# Error en blanco sobre curva de la calibración



Handwritten list of values:

- 0.0000
- ~~0.0015~~
- ~~0.0001~~
- 0.0001
- 0.0001
- 0.0006
- 0.0004
- 0.0003
- 0.0003
- 0.0001 abs

Valor máximo  
Valor mínimo

	OD <sub>625</sub>
n=1	0.0000
n=2	0.0001
n=3	0.0001
n=4	0.0006
n=5	0.0004
n=6	0.0003
n=7	0.0003
n=8	-0.0001

14

G23

A	B	C
1	Uncertainty for blank test	
2		
3		
4		OD
5	n=1	
6	n=2	
7	n=3	
8	n=4	
9	n=5	
10	n=6	
11	n=7	
12	n=8	
13	n=9	
14	n=10	
15	S.D.	
16	n=	
17	Blank volume (mL)	
18	Incertidumbre estándar	
19	Incertidumbre estándar relativa	
20		
21		
22		

→

C27

A	B	C
1	Uncertainty for blank test	
2		
3		
4		OD
5	n=1	0
6	n=2	0.0001
7	n=3	0.0001
8	n=4	0.0006
9	n=5	0.0004
10	n=6	0.0003
11	n=7	-0.0003
12	n=8	-0.0001
13	n=9	
14	n=10	
15	S.D.	0.000229518
16	n=	8
17	Blank volume (mL)	100
18	Incertidumbre estándar	8.11469E-05
19	Incertidumbre estándar relativa	8.11469E-07
20		
21		
22		

**Incertidumbre estándar** =  $SD/\sqrt{n}$

**Incertidumbre estándar relativa** =  $(\text{Incertidumbre estándar})/(\text{Volumen del blanco})$

15

## Error de Repetibilidad

Muestra

- ~~0.1166~~
- ~~0.1153~~
- 0.1153
- 0.1156
- 0.11.66

← Valor máximo

← Valor mínimo

$\bar{x} =$

	OD <sub>625</sub>
n=1	0.1153
n=2	0.1156
n=3	0.1166

16

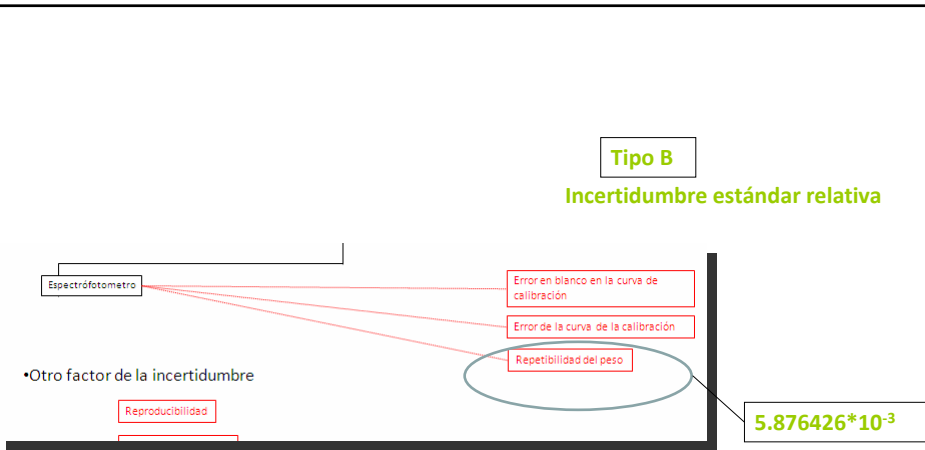


	A	B	C
1	Uncertainty in repeated test		
2			
3			
4			OD
5		n=1	
6		n=2	
7		n=3	
8		n=4	
9		n=5	
10		n=6	
11		n=7	
12		n=8	
13		n=9	
14		n=10	
15		Average	
16		n=	
17	Incertidumbre estándar (S.D.)		
18	Incertidumbre estándar relativa		
19			

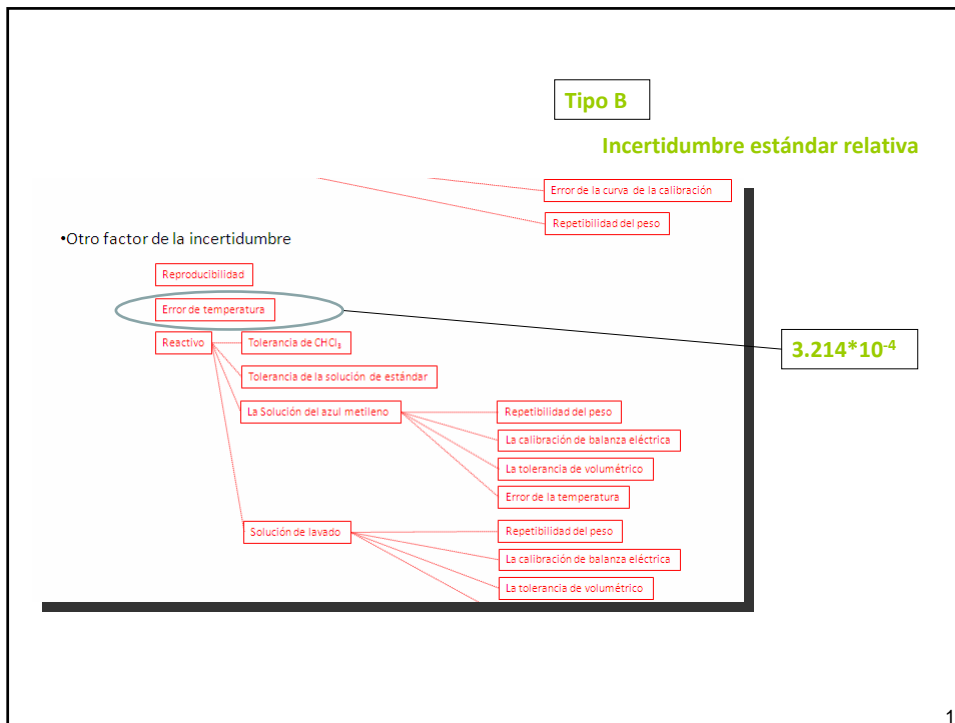
	A	B	C
1	Uncertainty in repeated test		
2			
3			
4			OD
5		n=1	0.1153
6		n=2	0.1156
7		n=3	0.1166
8		n=4	
9		n=5	
10		n=6	
11		n=7	
12		n=8	
13		n=9	
14		n=10	
15		Average	0.11583333
16		n=	3
17	Incertidumbre estándar (S.D.)		0.000680686
18	Incertidumbre estándar relativa		0.005876425

**Incertidumbre estándar** = S.D.  
**Incertidumbre estándar relativa** = (Incertidumbre estándar)/(Promedio)

17



18



## Error de Temperatura

FORMULARIO  
REGISTRO DE CONDICIONES AMBIENTALES

Revisión : 2  
Vigencia : 07/03/11  
Página : 1 de 1  
Aprobado : DDV

MES: mayo 2013  
AREA: Laboratorio  
INSTRUMENTO DE MEDICIÓN:

Condiciones normales: Temperatura: entre 20 y 25°  
Humedad: Entre 60 y 85%

Nº	Temperatura	Humedad	Observaciones
1	24°C	36%	Humid. Aire
2	27°C	88%	Humid. Aire
3	24°C	42%	Humid. Aire
4	24°C	42%	Humid. Aire
5			
6			
7			
8	24°C	38%	Humid. Aire
9	26°C	51%	Humid. Aire
10	22°C	41%	Humid. Aire
11	22°C	42%	Humid. Aire
12			
13			
14	22°C	41%	Humid. Aire
15	22°C	41%	Humid. Aire
16	21°C	43%	Humid. Aire
17	21°C	41%	Humid. Aire
18			
19			
20			
21			
22			
23	27°C	88%	Humid. Aire
24	26°C	51%	Humid. Aire
25	27°C	88%	Humid. Aire
26			
27			
28			
29	27°C	46%	Humid. Aire
30	26°C	64%	Humid. Aire
31	24°C	58%	Humid. Aire

Observaciones: .....

Temp. Inicial	Temp. final
	24
	27
	24
	24
	26
	22
	23
	24
	24
	24
	24
	23
	23
	24
	27
	24
	26
	27
	23
	27
	25
	26
	23
	24
	23

G92				I19			
A	B	C	D	A	B	C	D
Uncertainty in temperature				Uncertainty by temperature			
Date	initial temperature	final temperature	differences	Date	initial temperature	final temperature	differences
1				1	24	24	0
2				2	27	25	2
3				3	24	22	2
4				4	24	24	0
5				5	26	24	2
6				6	22	25	3
7				7	23	24	1
8				8	24	24	0
9				9	21	24	3
10				10	23	23	0
11				11	27	24	3
12				12	26	24	2
13				13	27	23	4
14				14	27	24	3
15				15	26	24	2
16				16	27	23	4
17				17	27	25	2
18				18	26	23	3
19				19	24	23	1
20				20	24	22	2
21				21			
22				22			
23				23			
24				24			
25				25			
26				26			
27				27			
mumimun temperature difference (°C)				mumimun temperature difference (°C)			
solution volume (final)				solution volume (final)			
$\alpha = 0.00021$				$\alpha = 0.00021$			
$\Delta$ volume				$\Delta$ volume			
Incertidumbre estándar				Incertidumbre estándar			
Incertidumbre estándar relativa				Incertidumbre estándar relativa			

21

## Incertidumbre de la curva de calibración

Espectrofotometro

- Reproducibilidad
- Error de temperatura

- Error en blanco en la curva de calibración
- Error de la curva de la calibración
- Repetibilidad del peso

•Otro factor de la incertidumbre

$\lambda = 652 \text{ nm}$   
 STD 1 -0.0001  
 STD 2 0.0536  
 STD 3 0.1105  
 STD 4 0.2161  
 STD 5 0.4456

→

	La concentración presunto(mg/L)	OD <sub>625</sub>
STD1	0	-0.0001
STD2	2	0.0536
STD3	4	0.1105
STD4	8	0.2161
STD5	16	0.4456

22

## Incertidumbre de la curva de calibración

A	B	C
16.07	16.07	
$\sum X_i =$	30.0	
$(\sum X_i)^2 =$	900.0	
$\sum X_i^2 =$	340.0	
Promedio de $X_i =$	6.00	
$S =$	0.00306393	
$S_{xx} =$	160.04	
<b>U</b> Cobre (%vol)		0.1267
Concentración muestra	=	10.5417
Absorbancia muestra	=	
Número de mediciones	=	5
C	=	(Y - A)/B
<b>C</b>	=	<b>10.542 ± 0.127</b>
Incertidumbre estándar relativa	=	0.012023015

Volume of std solution (mL)	Std concn. (X mg/L)	Optical density (Y)
0	0	0.000
2	0.2	0.054
4	0.4	0.110
8	0.8	0.230
16	1.6	0.450

Stock solution: 10 mg/L

$R^2 = 0.9999$

slope	a = 0
intercept	b = -0

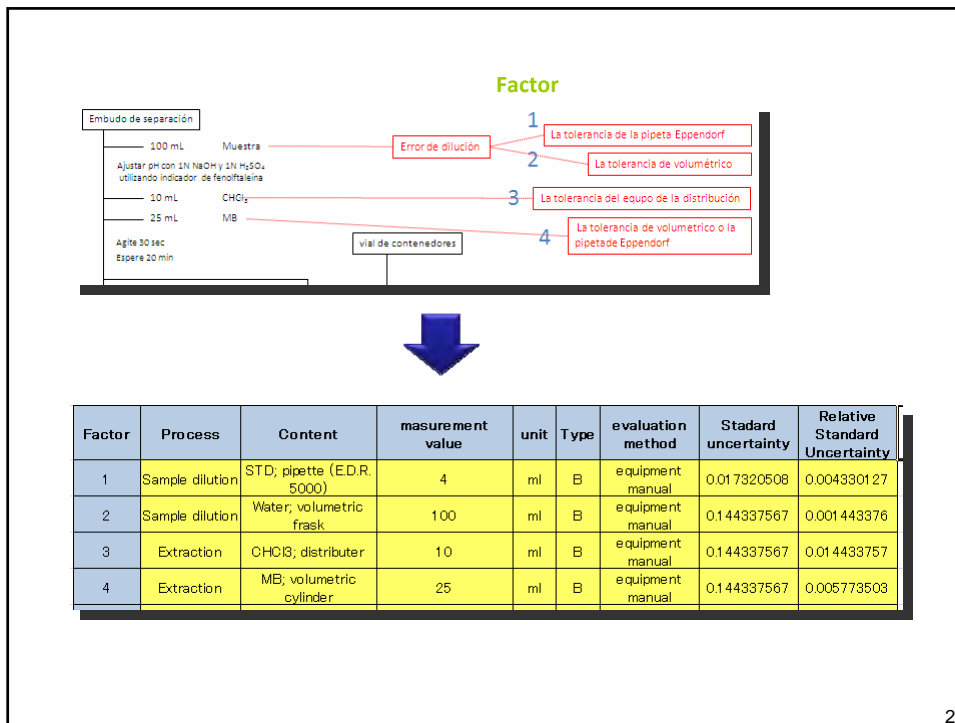
Sample name	sample	exactly			
Sample volume (mL): c	100	100			
Extraction scale (mL): d	100	100	100	100	100
Dilution ratio: e	0.5	1			
Optimal density: f	0.1166	0.002			
Concentration (mg MBAS/L): g	10.54174	0.014565			
Quantification limit (mg MBAS/L): h	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Comparison with Quantification limit	over	<0.1			
significant digit	2	2	2	2	2
Reporting value (mg MBAS/L)	11.0	<0.1			

23

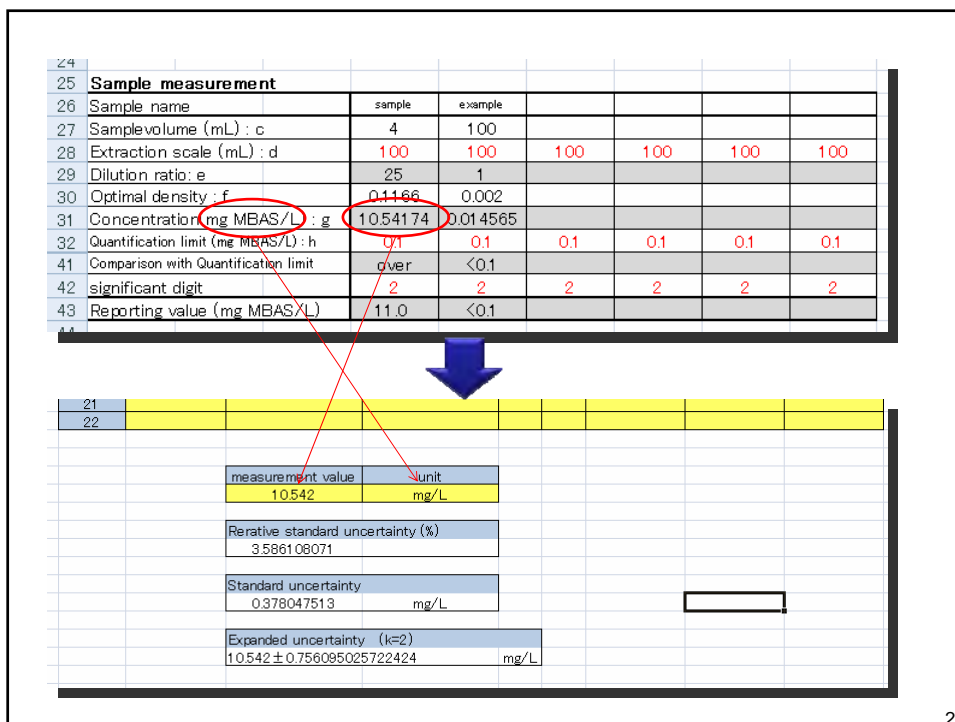
## Hojas de calculo de Incertidumbre

F-027 Registro Incert EAA Microsoft Office Excel 97-2003 ... 69 KB	F-029 Registro Incert ST y SS Microsoft Office Excel 97-2003 ... 148 KB
F-030 Registro Incert AyG Microsoft Office Excel 97-2003 ... 148 KB	F-031 Registro Incert DBO5 Microsoft Office Excel 97-2003 ... 167 KB
F-032 Registro Incert DQO Microsoft Office Excel 97-2003 ... 203 KB	F-033 Registro Incert Fosfatos Microsoft Office Excel 97-2003 ... 203 KB
F-034 Registro Incert NO3 Microsoft Office Excel 97-2003 ... 203 KB	F-035 Registro Incert OT y CF Microsoft Office Excel 97-2003 ... 169 KB

24



25



26

## Ejemplo de Reporte de la incertidumbre

Cuando se utiliza la incertidumbre estándar combinada...

$c = 10.5 \text{ mg/L}$

Combined Standard Uncertainty:  $u(c) = 0.378 \text{ mg/L}$

Cuando se utiliza incertidumbre expandida...

$c = 10.5 \pm 0.756 \text{ (mg/L)}$

Factor de cobertura:  $k=2$

