



独立行政法人 国際協力機構

パナマ国  
国家環境省環境質保全局

パナマ国水質モニタリング技術計画フェーズ II

プロジェクト事業完了報告書

2012年10月

 株式会社建設技研インターナショナル

The logo for CTI (Construction Technology International) consists of the letters 'CTI' in a bold, green, sans-serif font. The 'C' and 'T' are connected, and the 'I' is separate.

US\$ 1.00 = Yen 78.63

(As of September 2012)

## PDM (Project Design Matrix)

プロジェクト名： 水質モニタリング技術計画 フェーズ II プロジェクト  
 対象地域： パナマ共和国全域 期間：4年間  
 ターゲットグループ： ANAM 環境質ラボ職員

Ver.3  
 作成日：2012年2月3日

プロジェクトの要約	指 標	入手手段	外部条件
<p style="text-align: center;">上位目標</p> <p>パナマ国における水質(表流水、排水)基準の達成度管理能力が強化される。</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. ANAM 環境質ラボ職員が水質サンプリングを適切に実施するための能力を有する。</li> <li>2. ANAM 環境質ラボ職員が水質分析を適切に実施するための能力を有する。</li> <li>3. ANAM 環境質ラボによるモニタリング地域が拡大する。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. ANAM 年次報告書</li> <li>2. ANAM 年次報告書</li> <li>3. 水質モニタリング報告書</li> </ol>	
<p style="text-align: center;">プロジェクト目標</p> <p>ANAM 環境質ラボが QA/QC システムの導入により、ANAM の環境管理に資するような信頼性のある情報を提供できる。</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 少なくとも 20 のパラメーターの標準作業手順書(SOP)が確立される。</li> <li>2. 20パラメーター用に確立された QA/QC 手法に基づく水質関連データ提供能力が強化される。</li> <li>3. 科学的知見に基づいてモニタリングデータを取りまとめた4つの水質関連報告書が発行される。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. SOPs</li> <li>2. QA/QC マニュアル、分析報告書</li> <li>3. 水質モニタリング報告書</li> </ol>	<p>パナマ政府が原則的に国の政策と環境行政を維持、さらに更新していくこと。</p>
<p style="text-align: center;">成 果</p> <p>1. ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。</p> <p>2. ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。</p> <p>3. ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1-1 少なくとも20パラメーターの分析手法が確立される。</li> <li>1-2 ANAM 環境質ラボ職員が成果 2 に関連する活動により確立された SOP に基づいて分析する技術を獲得する。</li> <li>1-3 ANAM 環境質ラボ職員が成果 2 に関連する活動により確立された SOP に基づいてサンプリング技術を獲得する。</li> <li>1-4 確立された SOP に基づいて2,000の項目が毎年サンプリングされる。</li> <li>2-1 ANAM 環境質ラボ職員が校正(キャリブレーション)手法を習得する。</li> <li>2-2 ANAM 環境質ラボ職員が不確実性試算手法を習得する。</li> <li>2-3 少なくとも 20 パラメーターの SOP が作成される。</li> <li>2-4 20 パラメーターの SOPs と技術記録の管理が ISO 17025 に基づき実施される。</li> <li>2-5 DIPROCA から、少なくとも 10 名が内部監査員となり、QA/QC 手法に基づいて内部監査を実施する。</li> <li>3-1 ANAM 環境質ラボ職員が産業排水のモニタリング技術を獲得する。</li> <li>3-2 ANAM 環境質ラボ職員が水質の解釈能力を獲得する。</li> <li>3-3 ANAM 環境質ラボ職員が水環境における汚染物質の挙動に係る解析知識を習得する。</li> <li>3-4 選定された1モデル流域での水質モニタリング計画が作成される。</li> <li>3-5 ANAM 環境質ラボ職員が水質基準の妥当性を評価する能力を獲得する。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1-1 分析マニュアル、SOPs</li> <li>1-2 プロジェクト報告書</li> <li>1-3 プロジェクト報告書</li> <li>1-4 ANAM 内部報告書、水質モニタリングプロジェクト報告書</li> <li>2.1 プロジェクト報告書</li> <li>2.2 プロジェクト報告書</li> <li>2.3 SOPs, QA/QC Manual</li> <li>2.4 技術的記録, SOPs</li> <li>2.5 プロジェクト報告書</li> <li>3.1 プロジェクト報告書</li> <li>3.2 プロジェクト報告書</li> <li>3.3 水質モニタリング計画、プロジェクト報告書</li> <li>3.4 水質モニタリング計画、プロジェクト報告書</li> <li>3.5 プロジェクト報告書</li> </ol>	<p>ANAM 環境質ラボの機能を持続させること、あるいは向上させていくこと。</p>



写真集  
全成果共通



写真 1： 第 5 回 JCC 会議での専門家チームリーダーによる発表の様子。



写真 2： 第 5 回 JCC 会議での ANAM ラボ長による発表の様子。



写真 3： 第 5 回 JCC 会議での ANAM ラボ職員による発表の様子。



写真 4： 第 5 回 JCC 会議にて次官と専門家チームリーダーによる署名の様子。



写真 5： 第 5 回 JCC 会議後のメディアによるインタビューの様子。



写真 6： C/P が本邦研修で取得した知見を発表し、その知見を共有している様子。

成果 1



写真 7: マルチ水質モニタリングシステムの DO 膜交換に関する技術支援の様子。



写真 8: マルチ水質モニタリングシステムの技術支援で作成されたマニュアルとおりに Ms. Jetzabel が機器を使用し、マニュアルの適用性を確認している様子。



写真 9: マルチ水質モニタリングシステムの現場での使用法に関する技術支援の様子。



写真 10: Chame 川での流量測定に関する技術支援の様子。



写真 11: 写真 10 で習得した知見を Mr. Olmedo が発表しその知見を共有している様子。



写真 12: イオンクロマトグラフに関する技術支援を Mr. Falcón ラボ長に実施している様子。

成果 1



写真 13： イオンクロマトグラフに関する技術支援を Dr. Denise に実施している様子。



写真 14： イオンクロマトグラフに関する技術支援を Ms. Yahaira 及び Ms. Julia に実施している様子。



写真 15： アンモニア分析における技術支援の様子。



写真 16： TN 分析における技術支援の様子。



写真 17： 洗剤分析における技術支援の様子。



写真 18： 洗剤分析における発色後の測定時の様子。

## 成果 1



写真 19： T-coli、F-coli 分析における基本的な操作手順や無菌操作に関する説明を行っている際の様子。



写真 20： 水銀測定に関する技術支援を Mr. Roberto に実施している様子。

## 成果 2



写真 21： ISO 取得へ向けた QA/QC のラボにおける現状および課題に関して指摘している様子。



写真 22： Ms. Dessy（中央）が校正手法に関する技術支援で得た技術的ノウハウを他ラボ職員に発表し、そのノウハウを共有している様子。



写真 23： Ms. Yahaira がイオンクロマトグラフの繰り返し試験結果を発表し、現在の分析レベルを共有している様子。



写真 24： TS、DS、SS 分析の精度試験における技術支援の様子。

成果 2



写真 25: IC 分析における模擬内部監査をラボ職員が行っている様子。



写真 26: 洗剤分析における模擬内部監査に関する技術支援の様子。



写真 27: 不確かさに関する技術支援の様子。



写真 28: EC および DS の相関関係に関して説明している様子。

成果 3



写真 29: 河川の自浄作用に関する講義。



写真 30: Pivot Table を用いたグラフ作成に関する講義。



略語 - 化学物質、測定項目、分析機器等

Ba	バリウム
BaCO <sub>3</sub>	炭酸バリウム
Ba(OH) <sub>2</sub>	水酸化バリウム
BaSO <sub>4</sub>	硫酸バリウム
BOD (Biological Oxygen Demand)	生化学的酸素要求量
Br <sup>-</sup>	臭化物イオン
C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	ベンゼン
Ca <sup>2+</sup>	カルシウムイオン
Cl <sup>-</sup>	塩化物イオン
CN <sup>-</sup>	シアン化物イオン
CNO <sup>-</sup>	シアン酸イオン
CO <sub>2</sub>	二酸化炭素
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	炭酸イオン
COD (Chemical Oxygen Demand)	化学的酸素要求量
C/P (counterpart)	カウンターパート
Cr <sup>6+</sup>	6価クロム
DO (Dissolved Oxygen)	溶存酸素
DS (Dissolved Solids)	溶解性蒸発残留物
EC (Electric Conductivity)	電気伝導度
ETESA (Empresa de Transmisión Eléctrica, S.A.)	送電会社
F <sup>-</sup>	フッ化物イオン
F-Coli (Fecal Coliform)	ふん便性大腸菌群
H <sub>2</sub> O	水
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	硫酸
H <sup>+</sup>	水素イオン
Hg	水銀
HPLC (High Performance Liquid Chromatograph)	高速液体クロマトグラフ
IC (Ion Chromatograph)	イオンクロマトグラフ
ICA (Index Calidad Agua, Water Quality Index)	水質評価指標
IDB (Inter-American Development Bank)	米州開発銀行
JET (JICA Expert Team)	専門家チーム
JIS (Japanese Industrial Standard)	日本工業規格
K	カリウム
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	過硫酸カリウム
MBAS (Methylene Blue Active Substances)	メチレンブルー活性物質
Mg <sup>2+</sup>	マグネシウムイオン
MPN (Most Probable Number)	最確数

Na <sup>+</sup>	ナトリウムイオン
NaCl	塩化ナトリウム
NaClO	次亜塩素酸ナトリウム
Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	亜硫酸ナトリウム
NIST (National Institute of Standard and Technology)	米国立標準技術研究所
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	アンモニウムイオン
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	亜硝酸イオン
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	硝酸イオン
OH <sup>-</sup>	水酸化物イオン
Pb	鉛
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	リン酸イオン
psi	lb/in <sup>2</sup>
SM (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater)	水質及び排水標準検査方法
SnCl <sub>2</sub>	塩化スズ(II)
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	硫酸イオン
SOP (Standard Operating Procedure)	標準作業手順書
SS (Suspended Solids)	浮遊物質
TC (Technical Committee)	技術委員会
T-Coli (Total Coliform)	総大腸菌群
TN (Total Nitrogen)	全窒素
TP (Total Phosphorus)	全りん
TS (Total Solids)	全蒸発残留物
VOC (Volatile Organic Compound)	揮発性有機化合物

# 目次

	頁
<b>第 1 章</b> プロジェクトの概要.....	<b>1</b>
1.1 プロジェクトの背景.....	1
1.2 プロジェクトの概要.....	1
<b>第 2 章</b> 技術支援に関する実施方針.....	<b>4</b>
2.1 合同調整委員会 (JCC) .....	4
2.2 TC .....	4
<b>第 3 章</b> プロジェクト全体の活動実績.....	<b>5</b>
3.1 業務全体の流れ.....	5
3.2 PDM 成果別活動実績の概要 .....	8
3.2.1 「成果 1: ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。」 の活動実績 .....	8
3.2.2 「成果 2: ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。」の活動実績 .....	12
3.2.3 「成果 3: ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する 能力が強化される。」の活動実績 .....	13
3.3 プロジェクトの成果一覧.....	15
3.4 PDM の変遷 .....	16
3.5 活動実施スケジュール .....	16
3.6 C/P による TC での発表資料 .....	16
<b>第 4 章</b> 第 5 年次の活動実績.....	<b>20</b>
4.1 「全成果共通」の活動 .....	20
4.2 「成果 1: ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。」 の活動実績 .....	20
4.3 「成果 2: ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。」の活動実績 .....	21
4.4 「成果 3: ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する 能力が強化される。」の活動実績 .....	27
<b>第 5 章</b> 成果の活動概要と達成状況 .....	<b>28</b>
5.1 上位目標とプロジェクト目標の達成状況 .....	28
5.2 PO (活動) に基づいた活動と達成状況.....	29
5.2.1 「成果 1: ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。」 の達成状況 .....	29
5.2.2 「成果 2: ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。」の達成状況 .....	30
5.2.3 「成果 3: ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する 能力が強化される。」の達成状況 .....	32

<b>第6章</b>	<b>専門家派遣実績及び投入実績</b> .....	<b>43</b>
6.1	日本側投入実績.....	43
6.1.1	専門家派遣実績.....	43
6.1.2	研修員受入実績.....	45
6.1.3	供与機材実績.....	45
6.1.4	現地業務費実績.....	46
6.2	パナマ側投入実績.....	46
<b>第7章</b>	<b>プロジェクト実施運営上の工夫、教訓、提言</b> .....	<b>49</b>
<b>第8章</b>	<b>JCC 開催記録</b> .....	<b>54</b>
<b>第9章</b>	<b>収集資料一覧表</b> .....	<b>55</b>

添付資料

## 図表リスト

図 1.1	実施体制概念図 .....	2
図 3.1	作業フローチャート .....	6
図 6.1	専門家派遣実績：2008 年度 .....	43
図 6.2	専門家派遣実績：2009 年度 .....	43
図 6.3	専門家派遣実績：2010 年度 .....	44
図 6.4	専門家派遣実績：2011 年度 .....	44
図 6.5	専門家派遣実績：2012 年度 .....	44
表 1.1	C/P リスト .....	3
表 2.1	JCC の目的及び活動内容 .....	4
表 3.1	分析技術支援項目と受講者 .....	9
表 3.2	各項目の分析レベル評価 .....	11
表 3.3	分析レベルの評価基準 .....	12
表 3.4	PDM の変遷 .....	16
表 3.5	C/P による主な TC の目的・指摘事項・発表資料等 .....	17
表 4.1	不確実性試算に関する支援内容 .....	22
表 5.1	上位目標の達成見込み .....	28
表 5.2	プロジェクト目標の状況 .....	28
表 5.3	各活動実績と担当した C/P .....	35
表 6.1	専門家派遣実績のまとめ .....	43
表 6.2	第 1 回 本邦研修の概要 .....	45
表 6.3	第 2 回 本邦研修の概要 .....	45
表 6.4	現地業務費実績表 .....	46
表 6.5	PDM の各指標への C/P の投入 .....	47
表 6.6	ANAM 環境質ラボの予算および執行額 .....	48
表 7.1	項目毎の主担当・副担当の配置 .....	51
表 8.1	JCC の開催 .....	54



## 第1章 プロジェクトの概要

### 1.1 プロジェクトの背景

パナマ国(以下「パ」国と表記)では、首都パナマ市及び中央部のパナマ県に人口が集中し、深刻な環境問題が発生している。特にパナマ首都圏を流れる河川の水質汚濁が深刻となっている。この最大の理由は、1) 下水道管網や下水処理施設が未整備あるいは既存設備が未稼働、2) 生活排水や工場排水が無処理で河川に直接放流されている、等である。

このような環境悪化に対処するために、「パ」国では 1998 年に環境管理対策を定めた法律第 41 号を公布し、国内全土において同法律の遵守を義務づけ国家環境庁(ANAM)が他の所轄官庁と連携を図りながら監査業務を実施している。2002 年における同法律の技術規制決議により、2006 年 6 月以降の下水への排出は許可制となり、ANAM に同規制に関する達成度を監査する権限が与えられた。現状では同規制を監査すべき ANAM は人員、行政、体制の双方から実施能力不足であったため、「パ」国政府は JICA に、「水質モニタリング技術計画(PROTEMOCA)」(以下フェーズ I プロジェクトという)を要請し、2003 年 10 月より 3 年間のプロジェクトを実施した。しかしながら、水質モニタリングの分析精度・技術において不十分な点が残った。こうした状況からフェーズ I プロジェクトから継続した支援を必要として、「パ」国政府から「水質モニタリング技術計画フェーズ II」が我が国に要請された。

この要請に基づいて、JICA は、2007 年 1 月に事前調査を実施し、プロジェクトの基本計画を「パ」国政府と合意し、プロジェクトの基本計画、実施体制、双方の責任分担等についてミニッツ(M/M)に取り纏められた。

### 1.2 プロジェクトの概要

本業務は、QA/QC (Quality Assurance / Quality Control) システムの導入により、ANAM の環境管理行政に資する信頼性のある情報を提供するための ANAM 環境質ラボの能力向上を目的とする。プロジェクトの上位目標、目標、成果は下記のとおりである。尚、成果の指標の一部は、プロジェクト中に修正された。詳細は後述する"3.4 PDM の変遷"を参照されたい。

#### (1) 上位目標

パナマ国における水質(表流水、排水)基準の達成度管理能力が強化される。

#### (2) プロジェクト目標

ANAM 環境質ラボが QA/QC システムの導入により、ANAM の環境管理に資するような信頼性のある情報を提供できる。

#### (3) プロジェクト成果

成果 1: ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。

成果2: ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。

成果3: ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。

(4) プロジェクトの対象地域

パナマ共和国全域

(5) プロジェクトの実施体制

ANAM 側のプロジェクト実施体制は以下のとおりである。

- プロジェクト・ディレクター: ANAM 次官
- プロジェクト・マネージャー: ANAM、DIPROCA 局長

尚、2009 年 7 月の政権交代に伴い、2009 年 9 月にプロジェクト・ディレクターは ANAM 長官から ANAM 次官に変更された。実施体制の概念図を図 1.1、既に退職した職員も含めた C/P リストを表 1.1 に示す。

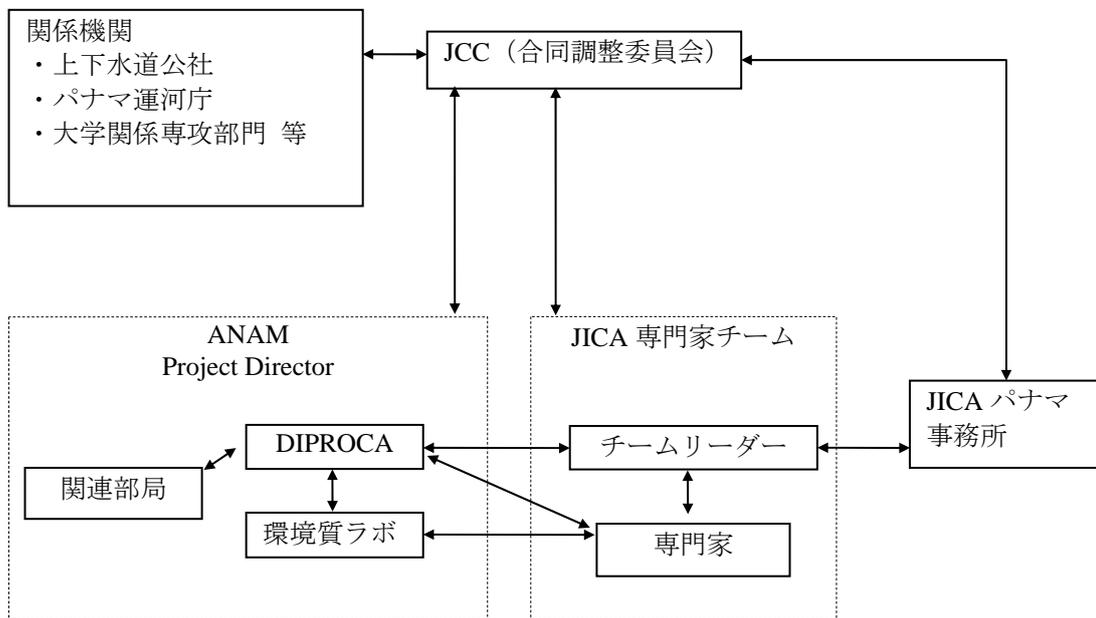


図 1.1 実施体制概念図



## 第2章 技術支援に関する実施方針

円滑にプロジェクトを運営するためには、明確なプロジェクトの方針、進捗状況等が関係者間で同じ理解のもと、進められることが重要である。また、プロジェクトの効率性や持続性を考慮すると、技術者レベルで成果の共有が重要である。これらを大きな柱としてプロジェクトを実施することとした。そのための組織として、JCCやTCを設置した。

### 2.1 合同調整委員会（JCC）

合同調整委員会（JCC）は本件に係る方針、運営、問題事項等を協議する最も権限を備えた組織として設置した。主な目的、活動内容を表 2.1 に示す。JCC は 1-2 回/年程度開催するが、必要であればいつでも開催されるものである。尚、JCC の開催記録は第 8 章に記述した。

表 2.1 JCC の目的及び活動内容

項目	合同調整委員会（Joint Coordination Committee, JCC）
目的	<ul style="list-style-type: none"><li>・本件に係る方針、運営、問題事項等を協議し意思決定する。</li><li>・関係機関の連携を図り、本件の進捗方針を協議する。</li></ul>
活動内容	<ul style="list-style-type: none"><li>・本件に係る基本方針、活動内容の協議・承認</li><li>・プロジェクト報告書に基づく協議・承認</li></ul>
参加者	パナマ側：ANAM 環境質保全局（DIPROCA）、ANAM 環境質ラボ、関連行政機関 日本側：JET、JICA パナマ支所、在パナマ日本大使館
事務局	ANAM 環境質保全局（DIPROCA）
事務局の役割	<ul style="list-style-type: none"><li>・議題の調整、参加者への連絡、スケジュールの調整、配布資料の作成</li><li>・実施の管理、本件に関する説明、議事録作成</li></ul>
JET の役割	<ul style="list-style-type: none"><li>・議題の調整補助、配布資料の作成補助、本件に関する説明のサポート</li><li>・議事録の作成協議</li></ul>

### 2.2 TC

TC は技術者レベルを対象とし、技術支援に関する講義、OJT を通して挙げられる課題、環境管理の一般的な概念などを議題として開催するものとした。また、トレーニングを受けたラボ職員が発表し、他のラボ職員とその知見を共有することとした。これは、ラボ職員が自ら発表することにより、何が理解でき、何が理解できないかを明確に把握することができる。それをもとにどのような指導方法や指導内容が効果的なのかを把握し、その後の技術支援に活用するものとした。

尚、C/P による TC での発表資料は、後述する表 3.5 に示す。

## 第3章 プロジェクト全体の活動実績

### 3.1 業務全体の流れ

本業務の作業フローを図 3.1 に示す。

図 3.1 作業フローチャート

年度 暦年 月	2008年度				2009年度												
	2008年				2009年												
	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
	第一年度 国内準備作業 第一次現地作業				第二年度 第二次現地作業												
項目または成果																	
国内準備作業	<input type="checkbox"/> 【ア】業務実施計画(インセプションレポートの作成) <input type="checkbox"/> 【イ】インセプションレポート案の内容説明																
全成果共通	<input type="checkbox"/> 【ア】インセプションレポート案の説明・協議 <input type="checkbox"/> 【イ】ベースラインデータの収集 <input type="checkbox"/> 【ウ】資機材購入計画の策定 <input type="checkbox"/> 【エ】プロジェクト事業進捗報告書(第1号)の作成 <input type="checkbox"/> 【イ】プロジェクト事業進捗報告書(第2号)を作成する。 <input type="checkbox"/> 【イ】JOCにおいて、プロジェクト事業進捗報告書(第3号)を説明協議し、合意を得る。 <input type="checkbox"/> 【イ】プロジェクト事業進捗報告書(第3号)を作成する。																
成果1: ANAM環境質ラボの サンプリング・ 分析技術能力が 向上する。	<input type="checkbox"/> 【オ】ANAM環境質ラボの分析技術の現状を把握す <input type="checkbox"/> 【カ】ANAMの環境管理に必要な分析項目を選定す <input type="checkbox"/> 【キ】ANAMの環境質ラボ職員が選定された分析項目のサンプリング・分析技術を習得する。 <input type="checkbox"/> 【ウ】ANAM環境質ラボ職員が選定された分析項目のサンプリング・分析技術を実践的に行う。 <input type="checkbox"/> 【キ】ANAM環境質ラボ職員が選定された分析項目のサンプリング・分析技術を実践的に行う。																
成果2: ANAM環境質ラボの QA/QC手法が 改善される。	<input type="checkbox"/> 【ク】ANAM環境質ラボの各サンプリング・分析工程の標準作業手順書(SOP)の作成状況を把握する。 <input type="checkbox"/> 【ケ】ANAM環境質ラボの各サンプリング・分析工程のSOP作成能力を把握する。 <input type="checkbox"/> 【コ】PDMIにおける活動2-1及び2-2の現状把握に基づきSOPの作成計画を作成する。 <input type="checkbox"/> 【サ】ANAM環境質ラボ職員が各サンプリング・分析工程の校正手法における知識を習得する。 <input type="checkbox"/> 【シ】ANAM環境質ラボ職員が各サンプリング・分析工程の不確実性試算手法を習得する。 <input type="checkbox"/> 【オ】ANAM環境質ラボ職員が各サンプリング・分析工程の校正手法における知識を習得する。 <input type="checkbox"/> 【カ】ANAM環境質ラボ職員が各サンプリング・分析工程の不確実性試算手法を習得する。 <input type="checkbox"/> 【キ】ANAM環境質ラボ職員が各サンプリング・分析工程の標準手法を作成する。																
成果3: ANAM環境質ラボの 環境モニタリングに 基づく科学的知見を 提供する能力が 強化される。	<input type="checkbox"/> 【ス】ANAMの環境管理のモデル河川を選定する。 <input type="checkbox"/> 【セ】ANAM環境質ラボ職員が業種別に必要な分析項目・サンプリング手法に関する知識を習得する。 <input type="checkbox"/> 【ソ】ANAM環境質ラボ職員が異常水質の汚染原因推測に関する知識を習得する。 <input type="checkbox"/> 【タ】ANAM環境質ラボが水質モニタリングに関して利水条件、汚染源及び自然条件等を考慮した計画を策定する。 <input type="checkbox"/> 【ク】ANAM環境質ラボ職員が業種別に必要な分析項目・サンプリング手法に関する知識を習得する。 <input type="checkbox"/> 【ケ】ANAM環境質ラボ職員が異常水質の汚染原因推測に関する知識を習得する。 <input type="checkbox"/> 【コ】ANAM環境質ラボが水質モニタリングに関して利水条件、汚染源及び自然条件等を考慮した計画を作成する。 <input type="checkbox"/> 【サ】ANAM環境質ラボが作成する科学的見地に基づく水質関連報告書の作成支援を行う。																
プロジェクト合同調整委員会 (JOC)の開催と協議	▲																
中間評価、終了時評価																	
報告書	プロジェクト事業進捗報告書 ▲ 業務完了報告書 ▲ プロジェクト事業完了報告書 ▲																



## 3.2 PDM 成果別活動実績の概要

### 3.2.1 「成果 1: ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。」の活動実績

成果 1 における主な活動実績は、分析技術の技術支援と SOP 作成支援であった。分析技術支援では、できるだけ複数のラボ職員が研修を受け、ラボ職員が交代しても技術が継承されるよう配慮した。その結果、表 3.1 に示すとおり、多くのラボ職員が各項目の技術支援を受けた。プロジェクト開始時では、選定された 24 項目の内、日常業務で実施する分析項目 (TS、DS、SS、COD、BOD、TN、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N、PO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、T-coli、F-coli、Oil&grease) は、ある程度、適切に分析を行うことができた。しかし、それ以外の分析項目において、ほとんどのラボ職員が分析を適切に行うことができなかった。また、本プロジェクトで導入した、IC は、微量分析を可能とするサブレッサー付のものであった。この種の IC は、パナマでは最先端機器であり、パナマでは初めてのものとなった。7 項目が同時に測定できる最先端機器の IC を用いた研修は、9 名のラボ職員に対して実施された。ラボ職員にとっても非常に有用で、また、水質モニタリングを実施する上でも貴重な研修であった。

これら分析項目において、C/P の分析レベルを繰り返し試験の結果をもとに評価した (表 3.2 参照)。分析レベルは表 3.3 に示すとおり、繰り返し性や真値との差で評価した。ANAM 環境質ラボにとって、このような繰り返し試験を実施して分析レベルを評価することは、初めての試みであった。いくつかの項目で、真値との差が 30%以上となる評価 "B" や "C" があり、これらの項目の分析レベルを向上させる必要がある。このように、分析レベルを定量化することによって、今後の課題を明確に示すことができた。

分析技術の習得には、ラボ職員は積極的な姿勢を示した。研修を終えた項目においても、より深く理解するために、JET に質問したり、また、再度、研修を開催するように要求もされた。具体的には、NH<sub>3</sub><sup>+</sup>-N、IC、CN、洗剤、Oil & Grease、Hydrocarbon、に関する分析や定量下限値の算出方法などである。JET はラボ職員の質問や再研修に対して随時対応し、ラボ職員の理解度の向上に寄与した。

一方、SOP 作成支援では、本プロジェクト開始時点では、フェーズ I でいくつかの SOP が作成されていたという情報があった。しかし、ラボ職員に確認したところ、誰もその保管場所を知らなかった。そのため、SOP が何もない状況で、本プロジェクトを開始した。本プロジェクト終了時には、選定された 24 項目全ての SOP が作成された。但し、8 項目 (TS、SS、COD、BOD、T-Coli、F-Coli、Oil & Grease、Pb) は、本プロジェクト期間中に実施されていた IDB の ISO 認証支援で作成されたものである。

表 3.1 分析技術支援項目と受講者

項目	受講者	項目	受講者
TS, DS, SS	Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職)	NH <sub>3</sub> <sup>+</sup> -N	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Mr. Olmedo Pérez Núñez Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職)
COD	Ms. Denise Delvalle Ms. Julia Pineda Ms. Ana Raquel Tuñon Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職) Ms. Ismenia Espino (2010.10 退職)	イオンクロ マトグラフ (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> )	Mr. Aristides Falcón Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Ms. Janell Magué Cerceño Ms. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ismenia Espino (2010.10 退職) Mr. José Ortega (2010.10 退職) Mr. Julio Arosemena (2009.10 退職)
BOD	Ms. Denise Delvalle Ms. Julia Pineda Ms. Ana Raquel Tuñon Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職)	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職)
TN	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Mr. Olmedo Pérez Núñez Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10 退職)	TP	Ms. Yahaira Espinoza Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10 退職)

項目	受講者
CN <sup>-</sup>	Ms. Yahaira Espinoza Mr. Olmedo Pérez Núñez Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職)
T-coli、F-coli	Ms. Ana Raquel Tuñon Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10 退職)
洗剤	Mr. Olmedo Pérez Núñez Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職)
Oil & Grease	Ms. Ana Raquel Tuñon Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Mr. Ana Luisa García (2012.4 退職) Mr. José Ortega (2010.10 退職)
Hydrocarbon	Ms. Ana Raquel Tuñon Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職)

項目	受講者
Cr <sup>6+</sup>	Mr. Olmedo Pérez Núñez Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職)
Hg	Ms. Yahaira Espinoza Mr. Olmedo Pérez Núñez Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Mr. Roberto Rey (2010.6 退職) Ms. Jetzabel Escudero (2010.8 退職)
Pb	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinoza Ms. Ana Raquel Tuñon Mr. Olmedo Pérez Núñez Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9 退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8 退職) Ms. Ana Luisa García (2012.4 退職)

表 3.2 各項目の分析レベル評価

当初選定された 20 項目		評価	実施年月	分析法
1	TS	AA	2010 年 12 月	SM 2540 B. Total Solids at 103-105 °C
2	DS	AA	2010 年 12 月	SM 2540 C. Total Dissolved Solids Dried at 180 °C
3	SS	B	2010 年 12 月	SM 2540 D. Total Suspended Solids Dried at 103-105 °C
4	COD	AA	2009 年 12 月	HACH Closed Reflux, Colorimetric Method
5	BOD	C	2009 年 12 月	SM 5210 B. 5-Day BOD Test
6	TN	AA	2011 年 10 月	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	2011 年 9 月	SM 4500-NH <sub>3</sub> B. Preliminary Distillation Step, F. Phenate Method
8	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> -N	AA	2011 年 10 月	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
9	TP	AA	2011 年 11 月	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	2011 年 10 月	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
11	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	B	2011 年 10 月	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
12	Cl <sup>-</sup>	B	2011 年 10 月	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
13	T-Coli	AA	2010 年 9 月	SM 9222 B. Standard Total Coliform Membrane Filter Procedure
14	F-Coli	B	2010 年 9 月	SM 9222 D. Fecal Coliform Membrane Filter Procedure
15	detergent	AA	2011 年 10 月	SM 5540 C. Anionic Surfactants as MBAS
16	Oil & Grease	C	2012 年 2 月	SM 5520B Liquid-Liquid, Partition-Gravimetric Method
17	Total hydrocarbon	C	2012 年 2 月	SM 5520 F Hydrocarbons
18	Cr <sup>6+</sup>	AA	2011 年 9 月	SM 3500-Cr B. Colorimetric Method
19	Hg	AAA	2011 年 9 月	SM 3112 B. Cold-Vapor Atomic Absorption Spectrometric Method
20	Pb	-	-	-
追加された 4 項目				
1	Br <sup>-</sup>	A	2011 年 10 月	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
2	F <sup>-</sup>	AA	2011 年 10 月	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
3	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> -N	AA	2011 年 10 月	SM 4500-NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> B Colorimetric Method
		B	2011 年 10 月	SM 4110 B. Ion Chromatography with Chemical Suppression of Eluent Conductivity
4	CN <sup>-</sup>	-	-	-

表 3.3 分析レベルの評価基準

評価	繰返し性 <sup>1)</sup>	真値との差 <sup>1)</sup>	定量下限値		
			適用した分析方法の一般的な定量下限値を概ね満たすレベル	日本の基準 <sup>2)</sup> に対応できるレベル	パナマの基準 <sup>3)</sup> に対応できるレベル
AAA	変動係数<10%	±10%以内	問わない	対応可	対応可
AA				対応不可	
		A	満たす	問わない	
				問わない	
B		±30%以上	-		
C	変動係数>10%	-	-		

- 1) T-coli と F-coli の繰返し性や真値との差は、対数変換して評価する。  
 2) 環境基準および排水基準  
 3) 排水基準

### 3.2.2 「成果 2: ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。」の活動実績

成果 2 は、品質管理 (QA/QC) に関連する活動である。主な実績は下記のとおりである。

#### 1) 校正 (キャリブレーション) 手法の習得支援

pH 及び EC 計の校正と pH 電極感度測定 of 習得支援が実施された。この支援をとおして、この測定器の校正に係る手順をマニュアルとして、取りまとめた。ANAM 環境質ラボにとって、当該機器の最初のオリジナルマニュアルとなった。これに伴い、ANAM ラボにある pH 計および電気伝導率計の校正用紙の様式の修正を支援した。

#### 2) 不確実性試算手法の習得支援

プロジェクト開始時では、全てのラボ職員が不確実性試算に関する知見をほとんど有していなかった。本プロジェクト実施中に、IDB 支援によって講義を中心とした不確実性試算に関する研修が実施された。しかし、概念的な知見を有しただけで、自ら不確かさを試算することはできなかった。本プロジェクトでは、基本から説明し、最終的にはラボ職員が不確かさを試算できるような支援を実施した。具体的には、pH、EC、TS、油分、BOD に関する不確実性試算の概念をラボ職員に説明した。その後、実測データおよび仮想データを用いて、pH、EC、TS、BOD の不確かさをラボ職員が JET の支援を受けながら試算した。しかし、ラボ職員からさらなる支援を要求され、7 日間にわたる研修を実施した。この 7 日間の研修では、誤差の伝播則、MBAS 測定における不確実性因子の抽出、相対的標準不確かさの算出、相対的標準不確かさの統合などの講義及び実習

を実施した。その結果、7日間通して参加した Mr. Olmedo Pérez Núñez と Ms. Janell Magué Cerceño が、不確さを試算できるようになった。

### 3) SOP の作成支援

本プロジェクト開始時点では、フェーズ I でいくつかの SOP が作成されていたという情報があった。しかし、ラボ職員に確認したところ、誰もその保管場所を知らなかった。そのため、SOP が何もない状況でプロジェクトが開始された。SOP の作成は、ラボ職員と JET の間での協議に基づく SOP の素案から、それぞれの分析担当者によって独自の加筆、修正を加えた。このようなプロセスによって、本プロジェクト終了時には、選定された 24 項目全ての SOP が作成された。但し、8 項目 (TS、SS、COD、BOD、T-Coli、F-Coli、Oil & Grease、Pb) は、本プロジェクト期間中に実施されていた IDB の ISO 認証支援で作成されたものである。

### 4) ISO17025 に基づく文書管理・記録の管理に関する支援

本プロジェクト開始時において、ISO17025 に基づく文書管理や記録管理は実際には十分機能していなかった。本プロジェクト実施中に IDB 支援によって、文書管理や記録管理に関する研修が実施されたが、それは一般的な概念等で、ANAM 環境質ラボの実状 (ラボ長と品質管理者の兼任等) を踏まえたものではなかった。そのため、本プロジェクトでは、ANAM 環境質ラボの実状をもとに、品質管理マニュアル・手順書ならびに付属する技術記録 (サンプリングの受け入れ帳票、分析結果の報告帳票等) をラボ職員と JET でレビューした。そして、ISO17025 に基づいた記録の管理に関し、ANAM 環境質ラボの実状に基づく改善策を検討し、是正処置の手順書の改訂が行われた。

### 5) DIPROCA 職員の QA/QC システムの内部監査トレーニング

本プロジェクト開始時では、ほとんどのラボ職員が内部監査に関する具体的な方法・手順を理解していなかった。本プロジェクト実施中に IDB 支援によって、内部監査に関するトレーニングが実施されたが、主に、概念のみであった。本プロジェクトでは、講義および実習によって模擬内部監査を実施し、内部監査員を養成した。具体的には、イオンクロマトグラフ、Hg、大腸菌、洗剤に関する分析作業、及び ISO17025 を踏まえた記録の管理に関する模擬内部監査を実施した。この支援を通して、合計 10 名の DIPORCA 職員が内部監査員として育成された。

## 3.2.3 「成果 3: ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。」の活動実績

成果 3 は、モニタリング結果の解釈・解析に関連する活動、さらに、モデル流域での水質モニタリング計画書の作成支援であった。主な活動実績は下記のとおりである。

### 1) 水質分析結果の解釈

ラボ職員は、分析結果が正しいか否かに関して、何も疑問を持たずにデータシートに入力していた。また、そのデータを他の人がチェックするシステムもなかった。本プロジェクトでは、同一河川において一般的に相関関係が確認できる EC と DS、理論的に相関関係がある TS、DS、SS に関して、過去の実測データを用いてチェックした。その結果、ある程度の相関を確認し、多くのデータが正しい値であると推察することができた。一方、単位の記載ミスと思われるデータがいくつか確認された。これらのデータは一般的な河川水では誤りと位置づけられる。C/P は初めて過去のデータをレビューし、高い確率で誤りと思われるデータに気づくことができた。データの精度は、繰返し試験で確認する方法があるが、この支援をとおして C/P は、相関関係から確認する方法を習得することができた。

## 2) 汚濁・汚染物質の挙動および解析

モデル流域として選定された La Villa 川流域では養豚場が多く、河川への汚濁物質の影響が懸念されていた。そのため、多くの養豚場で設置されているラグーン方式の処理プロセスの理論および汚濁流出に関して講義を通して支援した。また、ANAM は、金鉱山周辺でのモニタリングを重要な業務の一つとして位置付けている。そのため、金鉱山でのシアンや水銀の用途と汚染源となる可能性に関して講義を通して支援した。ほとんどのラボ職員は、採水し、分析し、そのデータを報告しているのみであった。そのため、処理プロセスのメカニズムや分析対象となっている物質の挙動に関する知見を有していなかった。この支援を通して、モニタリングで対象となっている項目において、科学的な知見を用い実施するというプロセスを習得することができた。

## 3) モデル流域における水質モニタリング計画書の作成

ANAM 環境質ラボは、各流域の汚濁特性などを考慮することなく、どの河川も同じ頻度で同じ項目を分析していた。また、分析結果は、データを表にまとめ、過去のデータを用いた考察などはしていなかった。効率的かつ効果的に河川の水質モニタリングを実施するため、水質モニタリング計画の作成支援を実施した。モデル流域として、汚濁源の種類が多く、また、経済的活動の寄与が大きい La Villa 川流域を選定した。水質モニタリング計画書は、流域内の汚濁特性、過去のデータを用いた水質の傾向、今後の分析項目および分析頻度等を含むものである。このモニタリング計画書は、C/P 機関である ANAM の DIPROCA 以外の部局の協力を得つつ作成された。具体的には、流域のデータ収集では、ANAM の地方事務所である Herrera 県事務所および Los Santos 県事務所の協力、過去に作成された La Villa 流域の環境関連地図の加工および収集されたデータの流域図への入力について、ANAM 環境情報システム開発局が担当した。ANAM 環境情報システム開発局と ANAM 環境質ラボが連携し、初めて河川水質を平面的に示すことができた。これら部局との協働によって、水質モニタリング計画書の基礎となる情報を取りまとめることができた。

### 3.3 プロジェクトの成果一覧

プロジェクトの成果品は下記のとおりである。

#### 1) 対象となる分析項目の SOP

24 項目 (TS, DS, SS, COD, BOD, TN,  $\text{NH}_3^+\text{-N}$ ,  $\text{NO}_3^-\text{-N}$ , TP,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ , Cl, T-Coli, F-Coli, detergent, Oil & Grease, Total hydrocarbon,  $\text{Cr}^{6+}$ , Hg, Pb, Br<sup>-</sup>, F<sup>-</sup>,  $\text{NO}_2^-\text{-N}$ , CN<sup>-</sup>) を対象とした SOP である (添付資料 3.1 参照)。

この SOP は、”Standard Methods” に従いつつ、ANAM 環境質ラボの器具・設備に適合した内容とし、第 1 章：表流水・排水のサンプリング、第 2 章、分析機材の取扱い、第 3 章：項目毎の分析方法、第 4 章：ラボでの分析作業の留意点、という構成となっている。

この 24 項目の中で、7 項目 (TS、SS、COD、BOD、T-Coli、F-Coli、Oil & Grease) は、本プロジェクト期間中に実施されていた IDB の ISO 認証支援を通じて作成されたものであるが、これ以外には、実際には、本プロジェクトの技術支援によって、ANAM 環境質ラボで初めて作成された SOP であった。

今後、この SOP は、ANAM 環境質ラボで初めである事、3.2.1 に既述したラボ職員の分析レベルの実際を踏まえて、ラボ職員のサンプリング・分析工程の理解状況に応じ改訂していく必要がある。この一方で、近い将来、この SOP に基づく SOP 改訂版がパナマ国で規格として認証され、ANAM の環境施策等に明記され、パナマの環境管理行政にも具体的に資するものとなる事が望まれる。

#### 2) 水質モニタリング計画

プロジェクトのモデル流域として選定された La Villa 川流域を対象とした水質分析項目、モニタリング箇所、分析頻度などを含めた水質モニタリング計画である (添付資料 3.2 参照)。

この水質モニタリング計画は、ラボ長を中心に支援して作成した ANAM 環境質ラボで初めてのものです。第 1 章：一般状況、第 2 章：水質モニタリング項目、第 3 章：汚染源、第 4 章：アクションプラン、という構成となっている。

技術支援の経緯としては、モデル河川流域である La Villa 川流域の人口分布、工場、養豚場、屠殺場、既存のモニタリング箇所を含めた地図、土地利用分布、浸食作用、水質の経年変化及び季節変化等を含めたグラフの作成支援等から初めた。これらに基づいて、今後の水質分析項目、水質モニタリング箇所、分析頻度等を含めたこの水質モニタリング計画を作成していった。

今後、これらの作成支援内容に基づき、C/P 自身が他流域の水質モニタリング計画書を作成し、継続した活動によって水質モニタリング計画の作成技術を定着させる必要がある。

### 3.4 PDM の変遷

PDM は表 3.4 のとおり修正された。

表 3.4 PDM の変遷

Version	変 更 日	参 照
1	2008 年 8 月 19 日	添付資料 3.3
2	2010 年 10 月 15 日	添付資料 3.4
3	2012 年 2 月 3 日	添付資料 3.5

Version 1 から Version 2 への変更箇所を添付資料 3.6、Version 2 から Version 3 への変更点を添付資料 3.7 に示す。

### 3.5 活動実施スケジュール

活動実施スケジュールを添付資料 3.8 に示す。

### 3.6 C/P による主な TC の目的・指摘事項・発表資料等

技術支援や本邦研修で得た知見を共有するため、表 3.5 に示すように、C/P は TC において、各支援内容に係る発表をした。この TC では、JET はその時点での C/P の理解度等を把握し、支援内容に係る指摘等を行い段階的な C/P の能力向上を図っていった。

なお、本プロジェクトの技術支援は、各時点での C/P の支援技術の理解度を、C/P 自らの発表・実習等で具体的に自ら認識し、それ以降の能力向上の必要性を深く意識して頂く方法を採用した。この方法の主旨から、添付資料 3.9 から添付資料 3.30 までの資料は、C/P による TC での発表資料をそのまま載せている。このため、これらの添付資料は、基本的な誤り、記載ミス、定義等の未記載、説明不足等も散見されるものとなっている。

表 3.5 C/P による主な TC の目的・指摘事項・発表資料等 (1/3)

TC 開催の日付	TC の目的・主な指摘事項等	発表資料名 (発表者等)	参照
2009 年 12 月 18 日	この TC の目的は、pH 等の校正方法に関するラボ職員の共通理解・知見の共有であった。目的は達成され、TC 中に校正マニュアルに関する意見交換と知見の共有があり、ラボ職員の校正に関する基本的理解はあると評価した。	HORIBA D-54 校正マニュアルに関する発表資料 (Ms. Dessy Garrido)	添付資料 3.9
2010 年 2 月 12 日	この TC の目的は、ラボ職員による COD の検量線の作成と繰り返し試験の結果の共有であった。目的はほぼ達成されたが、COD 値のばらつきが問題点として指摘されていた。しかし、適切な機器を用いることで、安定した結果を得ることが出来ることを C/P に示し、C/P の理解を得た。	COD の検量線および繰り返し試験結果に関する発表資料 (Ms. Ismenia Espino)	添付資料 3.10
2010 年 2 月 12 日	この TC の目的は、ラボ職員による BOD の繰り返し試験の結果の共有であった。目的はほぼ達成されたが、BOD は、条件によって、ばらつきが大きくなる場合もある。そのため、繰り返し試験を継続して実施することが重要であることを C/P に指摘し、今後の能力向上を図ることを言及した。	BOD の繰り返し試験結果に関する発表資料 (Ms. Julia Pineda)	添付資料 3.11
2010 年 2 月 22 日	この TC の目的は、ラボ職員によるイオンクロマトグラフ (IC) による繰り返し試験の結果の共有であった。目的はほぼ達成され、1 回の測定で多項目の結果を得られる IC の優位性を C/P に示すことが出来、C/P もこの理解を得た。	イオンクロマトグラフの繰り返し試験結果に関する発表資料 (Ms. Yahaira Espinosa)	添付資料 3.12
2010 年 7 月 14 日	この TC の目的は、基本的な模擬内部監査の手順を IC を例にラボ職員の共通理解を深めることであった。目的は達成されたが、ISO17025 の監査経験あるラボ職員はわずかで、今後のラボ職員の基本的な監査トレーニングの必要性を指摘した。また、関連した機器の安定稼働対策も C/P 間で議論され、この重要性が理解されていると評価出来た。	模擬内部監査の結果 (Ms. Julia Pineda)	添付資料 3.13
2010 年 7 月 23 日	この TC の目的は、Hg 分析測定器の使用法とその検量線の作成法 (添付資料 3.14) および分析手順の要約 (添付資料 3.15) に関するラボ職員の理解の共有であった。基本的な部分で目的は達成されたが、この Hg の SOP の作成・改訂とともに、複数のラボ職員によるこの Hg 分析測定器による分析手順のトレーニングが必要である事を指摘し、継続して支援した。	Hg 分析機器の操作概要 ( Ms. Jetzabel Escudero)	添付資料 3.14
		Hg 分析手順の要約 ( Ms. Jetzabel Escudero)	添付資料 3.15
2010 年 8 月 23 日	この TC の目的は、マルチ水質モニタリングシステムの操作および校正手順・マニュアルの作成に関する研修での知見のラボ職員の理解の共有であった。目的はほぼ達成され、TC では、これまでこの機器の利用経験ない C/P がこのマニュアルだけで、機器が操作できた事から、不十分な点はあるが、手順書という意味では評価できるものであった。	マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル概要 (Ms. Ismenia Espino)	添付資料 3.16
		マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル (Ms. Ismenia Espino)	添付資料 3.17
2010 年 8 月 27 日	この TC の目的は、マルチ水質モニタリングシステムを使用する上での改善点をラボ職員間で議論し共有することであった。この目的は達成された。この添付資料はマルチ水質モニタリングシステムの実際の現場での操作状況・課題をラボ職員が協議する上での議論のたたき台として、発表者が作成したものである。	マルチ水質モニタリングシステムの現場での操作状況及び課題 ( Ms. Jetzabel Escudero)	添付資料 3.18

表 3.5 C/P による主な TC の目的・指摘事項・発表資料等 (2/3)

TC 開催の日付	TC の目的・主な指摘事項等	発表資料名 (発表者等)	参照
2010 年 9 月 3 日	この TC の目的は、T-coli、F-coli の分析手法の概要及び繰り返し分析結果に係る理解をラボ職員で共有することであった。目的はほぼ達成された。生物分析においては、他微生物の汚染に対する十分な配慮が必要である。その配慮が十分に行われていること、また、それを継続することを C/P に指摘した。	T-coli、F-coli の分析手法の概要及び繰り返し分析結果 (分析者: Ms. Ana Raquel Tuñon)	添付資料 3.19
2010 年 9 月 10 日	この TC の目的は、T-coli、F-coli の繰り返し試験結果に係る理解をラボ職員で共有することであった。目的はほぼ達成された。Ms. Ana Raquel Tuñon と Ms. Dessy Garrido が大腸菌分析を担当している。この 2 名がほぼ同じレベルの分析精度を兼ね備えていることを C/P に示した。	T-coli、F-coli の繰り返し試験結果 (分析者: Ms. Dessy Garrido)	添付資料 3.20
2010 年 11 月 9 日	この TC の目的は、当時のラボ長による第 3 年次本邦研修での知見に関するラボ職員の共有であった。研修は北九州市での水質管理行政の中でも特に水質モニタリング計画、エコタウン、生物指標に関するものであったが、その基本的な目的は十分達成された。	本邦研修で習得した知見に関する発表資料 (Dr. Denise Delvalle)	添付資料 3.21
2010 年 12 月 15 日	この TC の目的は、マルチ水質モニタリングシステムの追加的な校正指導に関する研修での知見のラボ職員の理解の共有であった。この目的は達成され、たとえば、この機器による pH の校正方法をほとんどのラボ職員が明確に理解した。	マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル (Mr. Dionis Alejandro Díaz Monroy)	添付資料 3.22
2011 年 1 月 24 日	この TC の目的は、TS,SS,DS,EC の基本的な相関関係を理解した上で、実際の河川水質データから、これらのデータチェックの基本的考え方をラボ職員が理解し、知見を共有することであった。発表資料は単純な記載ミス他が散見されるが、ラボ職員の多くがこの基本的な方法を理解し、目的はほぼ達成された。より多くのデータを用いることにより、精度向上が期待出来き、単純な記載ミスだけでなく異常水質の可能性を示唆することが可能になる事も C/P に指摘した。	Santa María 川における TS、SS、DS、EC の相関関係 (Ms. Lizbeth del C. Brito Peña)	添付資料 3.23
2011 年 1 月 24 日	この発表資料は、上記の TC での発表者による追加説明資料である。発表資料は、条件等が明確に示されていない部分もあるが、蒸留水、海水、清涼飲料水などにおける EC の一般値を紹介し、EC の知見を深めることができた。	EC の一般値 (Ms. Lizbeth del C. Brito Peña)	添付資料 3.24
2011 年 2 月 4 日	この TC の目的は、Hg 分析測定器の分析手順に係る内部監査に関して、ラボ職員の共通理解を深めることであった。基本的な目的は達成され、この時点から内部監査チェックリスト案をラボ職員が作成する段階となった。また、この内部監査で重大な不適合等もラボ職員の監査者から指摘され、具体的な是正措置までは難しかったが C/P 間で議論された事が評価できる。	模擬内部監査の結果に関する発表資料: Hg 分析 (Ms. Tidiám Kale Santamaría)	添付資料 3.25
2011 年 5 月 31 日	この TC の目的は、大腸菌分析の全般に係る内部監査に係るラボ職員の共通理解を深めることであった。模擬監査者が大腸菌分析の豊富な経験者でかつ監査の事もラボ長の次ぎに理解していた事もあり、目的は十分達成された。この一方で、ISO17025 に係る監査の理解不足のラボ職員による他の分析に関わる内部監査トレーニングの必要性が明らかになった。	模擬内部監査の結果に関する発表資料: 大腸菌分析 (Ms. Ana Raquel Tuñon)	添付資料 3.26

表 3.5 C/P による主な TC の目的・指摘事項・発表資料等 (3/3)

TC 開催の日付	TC の目的・主な指摘事項等	発表資料名 (発表者等)	参照
2011 年 6 月 17 日	この TC の目的は、河川現場で流速計を用いて、流量を算出する研修に参加したラボ職員が、研修で習得した知見をラボ職員間で共有することであった。発表資料は、単純な記載ミス等が散見されるが、この目的はほぼ達成された。発表を通して、流量計算シートを用いた算出方法は基本的に C/P に理解された	河川流量の測定手順、流量計算等に関する発表資料 (Mr. Olmedo Perez Nunez)	添付資料 3.27
2011 年 11 月 29 日	この TC の目的は、洗剤の分析手順に係る内部監査に関して、ラボ職員の共通理解を深めることであった。基本的な目的は達成されたが、この模擬内部監査を実施した監査者は監査の経験がなく、基本から支援したが、今後、より詳細な内部監査結果報告が必要なことを指摘した。	模擬内部監査の結果に関する発表資料：洗剤分析 (Ms. Janell Mague Cerceno)	添付資料 3.28
2012 年 5 月 23 日	この TC の目的は、ISO17025 に基づく記録の管理に関して、ラボ長と ANAM のラボ以外の職員による模擬内部監査を通じて、これに関する ANAM 職員の共通理解を深めることであった。基本的な目的は達成されたが、ISO17025 に基づく、記録の管理がその時点で依然不十分である事も ANAM 職員が理解する事となった。JET から今後の ANAM ラボの実現可能な記録管理の方法を提言し、ラボ長も理解を示した。	模擬内部監査の結果に関する発表資料：記録の管理 (Mr. Aristides Falcón)	添付資料 3.29
2012 年 7 月 10 日	この TC の目的は、不確実性試算の講義・演習を通じて習得した知見をラボ職員が適切に理解しているかの確認およびその知見の共有であった。発表資料に細かな記載ミスはあるが、基本的な目的は達成され、発表内容から、不確実性試算の理論・方法を理解したと評価した。但し、不確実性試算に関する全研修を受けていないラボ職員は、TC の説明だけでは十分に理解はできていなかった。そのため、ラボ職員同士による能力強化が必要であることを C/P に指摘した。	不確実性試算に関する発表資料 (Mr. Olmedo Perez Nunez)	添付資料 3.30

## 第4章 第5年次の活動実績

プロジェクトの第5年次の活動実績について、図3.1の作業フローに基づく実績は以下の通りであった。

### 4.1 「全成果共通」の活動

【ア】当該年度の実施方針について関係者間で合意を得る。

2012年5月17日にTCを開催し、当該年度の実施方針に関して説明し、合意を得た（添付資料4.1参照）。

【イ】プロジェクト事業完了報告書を作成し、JCCにおいて承認を得る。

プロジェクト事業完了報告書は、2008年11月から2012年9月までの活動内容を取りまとめたものである。2012年9月20日に開催されたJCCにおいて、プロジェクト事業完了報告書は承認された。

### 4.2 「成果1: ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。」の活動実績

【ウ】ANAM 環境質ラボ職員が選定された分析項目についてサンプリング・分析を実践的に行う。

#### (1) 分析技術

##### 1) 洗剤 (MBAS)

後述する活動【エ】の不確実性因子の抽出では、MBAS測定の実作業をもとに進められた。しかし、不確実性因子の抽出の支援の研修生である Mr. Olmedo Pérez Núñez、Ms. Janell Magué Cerceño、Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy は、1年半以上 MBAS 分析から離れている。そのため、彼らに対して、MBAS 測定手順のレビューを実作業を通して実施した。その結果、分析手順を思い出し、1年半前に支援した状態まで戻すことができた。

##### 2) Oil&Grease

2012年6月26日に Ms. Yahaira Espinosa および Ms. Lizbeth del C. Brito Peña が Oil&Grease の分析を実施していた時に、濾紙が詰まるトラブルが発生した。対処法として、クリーンナップの方法を教示した。また、念のため再分析を推奨した。

2012年6月27日に Ms. Yahaira Espinosa が Oil&gerase を測定した際、測定結果が異常に高い値であった。彼女は、これを塩の混入による分析エラーではないかと推察した。Oil & Grease 測定はヘキサンによる抽出と精製を行うため、化学的に考えれば塩の混入は考え難い。そのため、異常に高かった値は、正しい可能性もある。これらを説明し、このような場合は、希釈サンプルにて再分析することを推奨した。

## (2) 分析機器

### 1) IC

IC のポンプ部分にシール、Oリングおよびピストンが内蔵されている。これらは消耗品であり、交換が必要である。これら消耗品の交換時期は、圧力変動やクロマトパターンから確認する。2012年7月11日、交換時期の確認方法と交換方法に関して、添付資料4.2を用いて Ms. Julia Pineda に対して説明した。

### 2) ウォーターバス

2012年6月13日にウォーターバス(Advantec社TBM212AA)の取扱いに関する説明を行なった。本機器は、微妙な温度調整が必要な100°C以下の加熱を必要とするプロセスに用いられる。例えば、DS測定に使用することが可能である。しかし、ANAM環境質ラボ内の許容電力や周辺設備の関係で、本機器を使用することができない状況であった。そこで、使用方法のみを本機器を目の前にして添付資料4.3を用いて説明した。参加者は、Ms. Ana Raquel Tuñon、Mr. Olmedo Pérez Núñez、Ms. Janell Magué Cerceño、Mr. Dionis Alejandro Díaz Monroyであった。参加者からは、組立方法、排水方法、DS測定方法、ブレーカー点検方法等について質問された。これらに関する回答に対して、参加者は適切に理解していた。

### 3) オートクレーブ

2012年6月13日にオートクレーブ(Yamato社SQ500)の取扱いに関する説明を行なった。本機器は、大腸菌測定や全窒素・全リン測定の前処理段階で使用される。ただ、大腸菌測定試料へのコンタミネーションを避けるため、大腸菌測定と全窒素・全リン測定の前処理は異なるオートクレーブを使うことが推奨される。そのため、それを避ける理由でオートクレーブ(Yamato社SQ500)を供与した。しかし、ANAM環境質ラボ内の許容電力や周辺設備の関係で、使用することができない状況であった。そこで、使用方法のみ添付資料4.4や本機器を目の前にして説明した。参加者は、Ms. Ana Raquel Tuñon、Mr. Olmedo Pérez Núñez、Ms. Janell Magué Cerceño、Mr. Dionis Alejandro Díaz Monroyであった。別のメーカーのオートクレーブが既にANAM環境質ラボに導入されていることから、基本的な内容は理解された。特に、大腸菌分析を担当している Ms. Ana Raquel Tuñon、Ms. Janell Magué Cerceño は常に使用していることから、非常に良く理解していた。また、他の参加者の質問に対しても Ms. Ana Raquel Tuñon、Ms. Janell Magué Cerceño が適切に説明し、疑問点を解消することができていた。

## 4.3 「成果2: ANAM環境質ラボのQA/QC手法が改善される。」の活動実績

【エ】ANAM環境質ラボが、作成されたSOP及びQA/QC手法に則り適切に管理されるよう指導する。

## (1) SOP

SOP 作成支援では、炭化水素と、Oil & Grease を対象として実施された。炭化水素の SOP version 2 は 2012 年 5 月 28 日、6 月 5 日に 2 度のディスカッションと実習を行った後、Mr. Dionis Alejandro Diaz Monrroy によって、2012 年 6 月 18 日に完成された。また、Oil&Grease の SOP version 2 は 2012 年 5 月 23 日と 28 日に 2 度のディスカッションを行った後、Mr. Dionis Alejandro Diaz Monrroy によって、2012 年 6 月 15 日に完成された。

この 2 項目の SOP の version 1 は Standard Methods を正確にトレースするものであった。しかし、実作業では機器や分析環境などの関係上、Standard Methods に完全に合致させることができない。version 2 は、実作業に適合するよう変更した。但し、修正内容は Standard Methods の基本原理に従う範囲内での変更である。以上より、選定された 24 項目の SOP が完成した(添付資料 3.1 参照)。

## (2) 不確実性試算

不確かさに関する支援を下記のとおり実施した。

表 4.1 不確実性試算に関する支援内容

内容	実施日	参加者
1. 誤差の伝播則についての講義	2012 年 6 月 5 日	5 名 (Ms. Julia, Ms. Ana Tuñon, Mr. Olmedo, Ms. Janell, Mr. Dionis (2012.9 退職))
2. MBAS 測定における不確実性因子の抽出に関する講義および実習	2012 年 6 月 11、12 日、14 日	3 名 (Mr. Olmedo, Ms. Janell, Mr. Dionis (2012.9 退職))
3. 相対標準不確かさの算出に関する講義 I	2012 年 6 月 21 日、7 月 2 日	3 名 (Mr. Olmedo, Ms. Janell, Mr. Dionis (2012.9 退職))
4. 相対標準不確かさの算出に関する講義 II	2012 年 7 月 2 日	6 名 (Mr. Falcón, Ms. Julia, Ms. Ana Tuñon, Mr. Olmedo, Ms. Janell, Ms. Lizbeth (2012.8 退職))
5. 相対標準不確かさの統合	2012 年 7 月 2 日	6 名 (Mr. Falcón, Ms. Julia, Ms. Ana Tuñon, Mr. Olmedo, Ms. Janell, Ms. Lizbeth (2012.8 退職))
6. C/P による不確実性試算に関する発表	2012 年 7 月 10 日	7 名 (Mr. Falcón, Ms. Julia, Ms. Ana Tuñon, Mr. Olmedo, Ms. Janell, Mr. Dionis (2012.9 退職)、Ms. Lizbeth (2012.8 退職))

### 1) 誤差の伝播則

誤差の伝播則は不確実性試算における誤差の合成において不可避である。しかし、本講義の前に、誤差の伝播則に関して確認したところ、参加した 5 名の C/P は一人も誤差の合成に関して正しく理解していなかった。講義では、添付資料 4.5 を用いて下記項目が説明され、演習問題を与えた。

- 誤差の伝播則についての概要
- 誤差の伝播則に基づく加減算
- 加減算の演習問題

- 誤差の伝播則に基づく乗除算
- 乗除算の演習問題

講義終了後に参加者全員に宿題と質問表を配布した。それを翌日の2012年6月6日に回収した(添付資料4.6参照)。回収した回答のまとめを添付資料4.7に示す。宿題に関しては、全員が全問正解であった。但し、「誤差の伝播則が理解できたか」という質問に対しては、Ms. Julia Pinedaを除く全員が"No"と回答した。その理由は下記のとおりであった。

- a) 計算の仕方は分かったが、伝播則を不確実性試算にどのように使うかがわからない。
- b) 計算の仕方は分かったが、伝播則の原理がわからない。

a)に関しては、次回以降の技術支援に含まれる内容であり、b)に関しては、高度な数学的知識が要求されるため、講義では説明を省略した。また、本講義の目的は「誤差の伝播則」に従い誤差を合成できるようになることであり、誤差の伝播則そのものの原理を理解することではないことを説明した。再度、確認したところ、全員から"本講義は理解できた"との回答が得られた。

## 2) MBAS 測定における不確実性因子の抽出に関する講義および実習

不確実性因子の抽出に関する講義および実習を行った。不確実性因子の抽出ではMBAS測定を対象とした。講義は、添付資料4.8を用いて実施された。本講義の概要を以下に示す。

- 「誤差の伝播則」の復習
- 「誤差の伝播則」を用いた塩化ナトリウム溶液の不確実性の算出
- MBAS 測定の操作手順の説明
- 不確実性因子の抽出方法

前回の講義では、「不確実性試算をどのように使うかわからない」というコメントがあった。それに対して、塩化ナトリウムの秤量誤差と溶媒の定容誤差のみを不確実性因子と仮定し、不確かさを試算し説明した。その結果、C/Pは想像以上に簡単な原理であることが理解できた。また、C/Pは不確実性と誤差の伝播則の関係についても十分に把握することができた。

不確実性因子の抽出では、MBAS測定を実際に行いながら、手順を説明した。同時に、各C/Pが誤差要因の抽出を行なった(添付資料4.9参照)。各C/Pが抽出した内容をもとに参加者全員で議論した。議論をもとにそれぞれが抽出した内容が十分であったか、また、適切であったかを全員が把握することができた。

次に抽出された誤差因子を用いて、相対標準不確かさを算出するための公差などの知見に関して、添付資料4.10を用いて講義した。講義の概要は以下のとおりである。

- 誤差因子の集約

- メスフラスコの公差
- メスシリンダーの公差
- その他の分注機器の公差
- マイクロピペッターの種類と公差
- 不確か性の種類
- 不確か性の Type A と Type B を用いた計算の例題

上記内容で、ある程度の内容を理解している C/P もいた。しかし、適切に全てを理解している研修生はいなかった。講義の後、本支援で抽出された誤差因子のうち、標準液の希釈誤差にかかる標準不確かさと相対標準不確かさを求める宿題を与えた。各 C/P の解答を添付資料 4.11 に示す。その結果、全問正解者は Mr. Olmedo Pérez Núñez のみであった。しかし、その他の C/P も公式の使い方や、入力する数値に誤りはなく、基本的には講義内容を把握していることが確認された。さらに課題に付属した質問票において、「講義内容が理解できたか？」という質問に、二名が「理解できた」と回答し、一名が無回答であった。

### 3) 相対標準不確かさの算出に関する講義 I

本講義では 2012 年 6 月 11 日および 12 日に行われた講義および実習で抽出された個々の誤差因子に対し、相対標準不確かさの値を与えるための手法に関して支援した。講義では、添付資料 4.12、4.13 を用いて説明した。講義の概要は下記のとおりである。

- 希釈誤差における相対標準不確かさの計算（前回の宿題の解説）
- 分光光度計のブランクにおける相対標準不確かさの計算
- 繰返し試験における相対標準不確かさの計算
- 温度変化における相対標準不確かさの計算

不確かさは、Type A と Type B に大きく分けられる。Type A は、測定の中で発生する不確かさのことである。例えば、同じサンプルで吸光光度計を何度も測定しても同じ値を示さない。この場合の不確かさは Type A に分類される。一方、Type B は、メスシリンダーなどに表示されている不確かさのことである。本講義では主に Type A の不確かさに関する計算の概要について説明した。実際の計算は、配布した Excel の自動計算シート（添付資料 4.13 参照）を用いて支援した。相対標準不確かさは、項目ごとにそれぞれ異なる方法を用いて算出する必要がある。これらに対応するための複数のエクセルシートを正しく選択し使用できるような技術支援を実施した。

### 4) 相対標準不確かさの算出に関する講義 II

本講義は、前述の"3) 相対標準不確かさの算出に関する講義 I"に引き続き、相対標準不確かさの値を与えるための手法に関して支援した。本講義では、添付資料 4.14 を用いて説明した。講義の概要は下記のとおりである。

- 検量線における相対標準不確かさの計算
- 最小二乗法の概要
- 回帰分析法の概要
- 検量線における相対標準不確かさの Excel 計算シートの使い方
- 標準液の計量証明書
- 標準液の相対標準不確かさの計算
- 電子天秤の相対標準不確かさの計算
- IDB が作成した計算シートの紹介

検量線における相対標準不確かさを算出する上で、必須となる統計処理方法には最小二乗法と回帰分析がある。これを Excel を用いて説明した。Mr. Olmedo Pérez Núñez と Ms. Janell Magué Cerceño は、今年度の不確か性試算に関する技術支援を全て受講しており、よく理解していた。但し、他の C/P にとって一部内容が理解に苦しむものであった。そのような内容に対して、Mr. Olmedo Pérez Núñez と Ms. Janell Magué Cerceño は理解できるような内容で説明した。

#### 5) 相対標準不確かさの統合

2012 年 6 月 19 日および 7 月 2 日に求められた相対標準不確かさを「誤差の伝播則」に従って統合し、最終的に標準不確かおよび拡張標準不確かさを算出する方法に関して講義を実施した。講義では、添付資料 4.15 を用いて説明した。

- 誤差因子の再確認
- バジェットシートについて
- バジェットシートの作成方法
- 不確か性の標記方法
- 特性要因図について
- 特性要因図の作製法
- 不確か性試算のまとめ

特性要因図は一般的に誤差の要因を抽出するときに使用される。しかし、これまでの講義や実習では、特性要因図の代わりに分析スキーム図への直接記入で対処してきた。その理由は、特性要

因図は分析の流れに従って、誤差の出現回数を確認することが難しいからである。これらの特徴に関しても説明した。どちらの方法を採用するかについては、C/Pに委ねることにした。

#### 6) C/Pによる不確実性試算に関する発表

2012年7月10日にMr. Olmedo Pérez Núñezがこれまで習得した不確実性試算に関する知見を発表した。この発表の目的は、習得した知見の共有と理解度の確認であった。発表は添付資料3.30を用いて行なわれた。発表内容からMr. Olmedo Pérez Núñezは適切にこれまでの支援内容を理解していたことを確認することができた。また、説明の仕方も適切であった。Ms. Ana Raquel Tuñónが「誤差の要因抽出で特性要因図をなぜ使わなかったのか？」という質問をした。これに対して、Mr. Olmedo Pérez Núñezは特性要因図と今回使用した分析スキームに含まれるそれぞれの利点と欠点を論理的に説明した。その説明に対しMs. Ana Raquel Tuñónは納得していた。

#### (3) DIPROCA 職員の QA/QC システムの内部監査トレーニング

2012年5月15日から18日にかけて、ISO17025に基づく記録の管理に係る模擬内部監査の技術支援を実施した。模擬内部監査対象者は、実質的に現在ラボの品質管理をしているラボ長と、ラボ以外のDIPROCA職員1名が(DIPROCA環境調査部所属)が選定された。最初に、JETからこれら2名に対してi) ISO17025に基づく試験所の品質管理システムと記録の管理に関する内部監査の目的、ii) 今回の対象者による模擬内部監査の実施方法を説明した。その後、JETが今回の記録の管理のための模擬内部監査用チェックリストのドラフトを作成し、これを踏まえて、ラボ長と協議して、チェックリスト案を最終化した。この経緯を経て、2012年5月18日に、次の要領でISO17025に基づく記録の管理に関する模擬内部監査が実施された。

- 対象項目： ISO17025を踏まえた記録の管理
- 内部監査者： Ms. Marcia Gonzalez (DIPROCA 環境調査部)
- 被内部監査者： Mr. Aristides Falcón (ANAM 環境質ラボ長)
- オブザーバー(アドバイザー)： 伊藤 毅 (JET)

5月23日に開催されたTCで、ラボ長が上記の模擬内部監査の結果を発表した(添付資料3.29参照)。

この模擬内部監査の主な結果は下記のとおりである。

- モニタリングプランの帳票識別番号、現場での測定帳票識別番号はそれぞれ記載されていたが、モニタリングプランの帳票に測定帳票識別番号が記載されていなかった。(確認事項: C)
- 試験結果の帳票識別番号、現場での測定帳票識別番号はそれぞれ記載されていたが、試験結果の帳票に測定帳票の識別番号が記載されていなかった。(確認事項: C)

- 試験結果記録帳票のデータで、修正データを正しい方法で修正してないデータがあった。  
また、誰が修正したかのイニシャルサインがなかった。（軽微な不適合：B）

本技術支援の実施により、合計9名のANAMラボ職員（Mr. Aristides Falcón, Ms. Julia Pineda, Ms. Yahaira Espinoza, Mr. Olmedo Pérez Núñez, Ms. Tidiám Kale Santamaría, Ms. Ana Raquel Tuñón, Ms. Janell Magué Cerceño, Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy, Ms. Lizbeth del C. Brito Peña）と1名のDIPROCAの環境調査部のMs. Marcia Gonzalezで、合計10名のDIPROCA職員が、ISO17025ならびにQA/QC手法に基づく内部監査員として育成され、実質的な内部監査を実施したこととなった。

#### 4.4 「成果3: ANAM環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。」の活動実績

##### 【オ】ANAM環境質ラボが現行の水質・排水基準を評価するためのデータを提供する。

2012年7月2日、コスタリカ、コロンビア、パナマの排水基準を添付資料4.16を用いてMr. Aristides Falcón, Ms. Julia Pineda, Ms. Ana Raquel Tuñón, Mr. Olmedo Pérez Núñez, Ms. Janell Magué Cerceño, Ms. Lizbeth del C. Brito Peñaに対して講義を実施した。この3カ国では、産業別に基準が設定されているといった点が類似している。しかし、基準値や規定している項目が3カ国で異なり、これらに関して説明した。Ms. Julia Pinedaによると、パナマの排水基準は、チリの排水基準を参考にしている。排水基準を検討する際は、河川の水質基準を達成するための条件を検討することが重要な検討事項の一つである。この説明に対してC/Pは理解を示した。現在、パナマでは河川の水質基準制定へ向けた準備をしている。そのため、河川水質基準の制定が重要であることも説明し、同様の理解をC/Pも示した。

##### 【カ】ANAM環境質ラボが作成する、科学的知見に基づく水質関連報告書の作成支援を行う。

2012年7月2日、作成されたLa Villa流域の水質モニタリング計画書（添付資料3.2参照）をMr. Aristides Falcón, Ms. Julia Pineda, Ms. Ana Raquel Tuñón, Mr. Olmedo Pérez Núñez, Ms. Janell Magué Cerceño, Ms. Lizbeth del C. Brito Peñaに対して説明した。その際、計画書に含まれているような季節別、年別の過去の水質データをグラフ化することによって、傾向を容易に把握することができる。その結果、分析値が通常値なのか異常値なのかを把握でき、調査の方針を検討する上で重要な情報となる。同様に計画書に含まれている工場や養豚場などの場所を図化することによって、ある特定地域における注意すべき汚濁物質の項目もある程度、推察できる。こういったアプローチによって、より科学的な報告書を作成でき、対策の立案が具体的にできるような基礎ができることも説明した。また、La Villa流域では、鉱石採掘における産業活動が実施される可能性がある。その場合は、新たな水質モニタリングを実施することを予定しており、水質モニタリング計画書に記載されている。これに関してMr. Aristides Falcónが説明し、情報を共有した。

## 第5章 成果の活動概要と達成状況

### 5.1 上位目標とプロジェクト目標の達成状況

当プロジェクトの上位目標とプロジェクト目標の達成概要については、以下に示す通りである。

表 5.1 上位目標の達成見込み

<p><b>【上位目標】</b>                  パナマ国における水質（表流水、排水）基準の達成度管理能力が強化される。</p>
<p><b>指標 1</b>                  ANAM 環境質ラボ職員が水質サンプリングを適切に実施するための能力を有する。</p>
<p><b>達成見込み</b>                  プロジェクト期間中に、水質サンプリングに関する技術支援がサンプリングサイトでの支援も含め実施され、ラボ職員は水質サンプリングを適切に実施する能力を有しつつあると考える。</p>
<p><b>指標 2</b>                  ANAM 環境質ラボ職員が水質分析を適切に実施するための能力を有する。</p>
<p><b>達成見込み</b>                  プロジェクト期間中に、水質分析に関する技術支援が精度管理等も含め実施され、ラボ職員は水質分析を適切に実施する能力を有していると考ええる。</p>
<p><b>指標 3</b>                  ANAM 環境質ラボによるモニタリング地域が拡大する。</p>
<p><b>達成見込み</b>                  プロジェクト期間中に、たとえば、ANAM が実施していた工場排水のモニタリング企業数が、16ヶ所から20ヶ所に増加し、モデル流域を対象とした水質モニタリング計画書が作成され、この指標は達成されつつあると考える。</p>

表 5.2 プロジェクト目標の達成状況

<p><b>【プロジェクト目標】</b>                  ANAM 環境質ラボが QA/QC システムの導入により、ANAM の環境管理に資するような信頼性のある情報を提供できる。</p>
<p><b>指標 1</b>                  少なくとも 20 のパラメーターの標準作業手順書(SOP)が確立される。</p>
<p><b>達成状況</b>                  プロジェクト期間中に、24 のパラメーターの SOP が確立され、この指標は達成された。</p>
<p><b>指標 2</b>                  20 パラメーター用に確立された QA/QC 手法に基づく水質関連データ提供能力が強化される。</p>
<p><b>達成状況</b>                  プロジェクト期間中に、24 のパラメータの SOP が作成され、ラボの QA/QC 手法が精度管理等の技術支援によって改善され、水質関連データの提供能力は強化されたと考える。</p>
<p><b>指標 3</b>                  科学的知見に基づいてモニタリングデータを取りまとめた 4 つの水質関連報告書が発行される。</p>
<p><b>達成状況</b>                  プロジェクト期間中に、技術支援によって強化された科学的知見に基づくモニタリングデータを取りまとめた ANAM 内部用報告書 (i) 河川水の水質モニタリング報告書、ii) 工場排水の水質モニタリング報告書、iii) 水質の苦情報告書、iv) Web で一般公開している年報) が作成・改訂されたことからこの指標はほぼ達成されたと考える。</p>

## 5.2 PO（活動）に基づいた活動と達成状況

PDM の PO（活動）に基づくそれぞれの活動実績概要とその達成状況を以下に述べる。また、それぞれの活動実績と担当した C/P を表 5.3 に示す。

### 5.2.1 「成果 1: ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。」の達成状況

【活動 1-1】 ANAM 環境質ラボのモニタリング・分析技術の現況を把握する。

ANAM 環境質ラボに関連した政策・法規、ラボの主要な機材の状態、主な水質モニタリング項目、ラボ職員の担当及び雇用形態などに関するベースライン調査を実施した。また、各 C/P への聞き取り調査を実施し、【活動 1-2】で選定された各水質項目に対する精度確認まで含めた分析経験を把握した。これらの結果は、どのレベルから支援を開始するかを把握する上で有効であった。以上より、この活動によって、ラボ職員個々の分析技術の実態を理解するというプロジェクト開始時の重要な目的が達成された。

【活動 1-2】 ANAM の環境管理に必要な分析項目を選定する。

TC にて、ラボ職員に技術レベルを向上させたい分析項目、今後重要になると考えられる分析項目は何か等を質問した。その際、ラボ職員が受身にならないよう、プロジェクトのオーナーシップは、パナマ側にあることを一緒に説明した。ラボ職員は最初に、支援を受けたい分析項目を述べ、そして、排出基準や政府の環境政策の方針、現状の汚濁源等をもとに理由も述べた。このようなプロセスのもと、支援項目である 20 項目を選定した。さらに、ANAM 環境質ラボの新たな活動内容に従い、4 項目を追加した。選定された 24 項目は、表 3.2 に示したとおりである。以上のプロセスにより、支援項目の選定作業が達成された。

【活動 1-3】 ANAM 環境質ラボ職員が選定された分析項目のサンプリング・分析技術に関する理論的知識を習得する。

サンプリングや分析技術に関する基本的な概念および分析手順を講義や実習をとおして支援した。具体的には、サンプリング時の支援として、採水時における滴ビンの使用、マニュアルの見直し、マルチ水質モニタリングシステムの使用方法および保守に関して実施した。実際にラボ職員に滴ビンを用いた場合の作業の効率性を感じてもらったり、また、改善すべき点を指摘してもらい、作業の迅速性を考慮した支援を実施した。また、分析技術に関しては、選定された 24 項目全ての分析概念および分析手順を講義や実習の支援により実施した。日常業務で実施している項目においても、ラボ職員は初めて聞く情報もあり、積極的に取り組んでいた。また、持続性を考慮し、ラボ職員で熟知している内容があれば、そのラボ職員に説明してもらうようにした。以上の活動により、ラボ職員は、サンプリング・分析技術に関する理論的知識を習得することができた。

**【活動 1-4】** ANAM 環境質ラボ職員が選定された分析項目についてサンプリング・分析を実践的に行う。

サンプリングや分析技術に関する現場での対応や実践をとおした分析レベルの向上に資する実習を中心とした支援を実施した。具体的には、サンプリング方法に関して、マルチ水質モニタリングシステムを現場での使用時の技術支援、採水時のモニタリングデータの記載ミスを避けるための方法に関する指導、河川流量測定に関する技術指導を実施した。これらは、現場で指導し、そこで意見交換を行い改善点を見出すようにした。また、分析技術では、河川や工場排水における分析に関する技術支援や 22 項目における繰返し試験を実施し、分析レベルの把握や改善点の指導などを実施した。繰返し試験でラボ職員の分析レベルを定量的に示すことは、プロジェクト開始前には実施されていなかったため、非常に大きな成果となった。この成果をもとに改善すべき分析項目も明確になり、今後の課題を示すことができた。以上の活動より、実践的なサンプリング・分析技術に関する支援を実施した。

### 5.2.2 「成果 2: ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。」の達成状況

**【活動 2-1】** ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析工程の SOP の作成状況を把握する。

本プロジェクトの前に実施された「水質モニタリング技術計画フェーズ I」で、簡易的な SOP が作成された。このため、フェーズ I の実施時から勤務していた数人のラボ職員は、SOP が作成されたことを記憶していた。しかしながら、その SOP の保管場所については、どのラボ職員も認知してなく、本プロジェクト（フェーズ II）開始時には、分析手順を確認する際は、Standard Methods を用いていたという実態であった。これらの聞き取り等と確認作業から、ANAM 環境質ラボの SOP の作成実態が把握され、この活動の目的は達成された。

**【活動 2-2】** ANAM 環境質ラボの SOP 作成能力を把握する。

本プロジェクトの開始時には上記のように、SOP の存在は実際には、確認することができなかったため、SOP の作成能力を把握することはできなかった。但し、**【活動 2-3】** の支援を通して、C/P は SOP 等に記載する手順、フローなどを図化し表現することが、不得意であることを確認した。以上より、この活動は C/P が実際に SOP 作成能力に関してどの点を強化すべきかが把握され、達成された。

**【活動 2-3】** **【活動 2-1】**、**【活動 2-2】** の現況把握に基づき SOP の作成計画を作成する。

上記の現況把握に基づき、ラボ職員を含む C/P と協議し、SOP の作成は、各水質分析の技術支援を年度毎に行うことが効果的だという認識に至り、各項目の SOP を作成する計画とした。これらの経緯を経て、SOP の作成計画が作成された。

**【活動 2-4】** ANAM 環境質ラボ職員がサンプリング・分析工程の校正手法における知識を習得する。

サンプリングでは、サンプリング時に使用する pH・EC 計やマルチ水質モニタリングシステムの校正に関して技術支援を行った。具体的には、標準液を用いて調整する方法やセンサーの交換などの技術支援を実施した。また、分析では、Hg 測定器や IC を測定する際の検量線の作成方法や機器の消耗品の交換方法などに関する技術支援も実施した。これらの活動により、ラボ職員は校正手法に関する実践的な知識を習得し、この活動の目的は達成された。

**【活動 2-5】** ANAM 環境質ラボ職員がサンプリング・分析工程の不確実性試算手法を含む SOP の知識を習得する。

ANAM 環境質ラボは、Standard Methods に準じた分析を行っている。IDB 支援で作成された SOP は、図やフローをあまり使用せず、文章による記載が主であった。そのため、日本で多く採用されている分析手順のフローを用いて作成する例を紹介した。不確実性試算に関しては、概念を講義で説明し、次に項目別 (pH、EC、TS、油分、BOD) の不確かさの試算方法に関して支援した。さらに、誤差の伝播則に関する講義、MBAS 測定における不確実性因子の抽出に関する講義及び実習、相対標準不確かさの算出に関する講義、相対標準不確かさの統合などの技術支援を実施した。これらの SOP の実際の作成例の紹介や不確実性試算に関する多様な講義と実習活動により、ラボ職員が SOP に関する多様な知識を向上させた。

**【活動 2-6】** ANAM 環境質ラボ職員がサンプリング・分析工程の SOP を作成する。

SOP に関しては、選定された 24 項目に対して作成された。但し、24 項目の内、7 項目 (TS、SS、COD、BOD、T-Coli、F-Coli、Oil & Grease) は、IDB 支援で作成された。SOP は、Standard Methods に従いつつ、ANAM 環境質ラボの器具・設備に適合した内容とした。今後、SOP はさらにラボ職員のサンプリング・分析工程の理解状況に応じて、改訂していく必要があるが、これらの活動により、サンプリング・分析工程の SOP が作成され、この活動の目的は達成された。

**【活動 2-7】** ANAM 環境質ラボ職員が QA/QC システムに必要な知識を習得する。

QA/QC システムを適用したラボ管理の概要に関して講義した。また、技術的な知識に関して、分析の不確かさは【活動 2-5】、分析手順は【活動 2-6】及び【活動 2-10】、技術記録の管理は【活動 2-9】を通して、技術支援が実施された。これらの活動によって、ラボ職員全体のラボ活動に必須の QA/QC 知識のレベルアップが図られ、その目的は達成された。今後は、ラボ職員がそれぞれ担当する分析に必要な QA/QC システムの応用知識ならびに実践的なスキルを習得する必要がある。

**【活動 2-8】** ANAM 環境質ラボ職員が QA/QC システムを向上させる。

【活動 2-7】を繰り返し実施するとともに、精度管理の具体的な手順に関するマニュアル・手順書を改善し、ラボ職員に周知することで、QA/QC システムの向上を図った。この一方で、ANAM 環境質ラボでの QA/QC システムを定着させていくには、ラボ職員が精度管理等の QA/QC システムを、日常業務の中で、効率も考慮しつつ実践していく課題が残っていると見える。以上より、この活動は十分とは言えないがその目的は達成された。

【活動 2-9】 ANAM 環境質ラボ職員に対して、QA/QC システムを管理するための内部監査トレーニングを行なう。

イオンクロマトグラフ、Hg、大腸菌、洗剤に関する分析作業、及び ISO17025 を踏まえた記録の管理に関する内部監査トレーニングを実施した。トレーニングは、内部監査者と被内部監査者をラボ職員を含めた DIPROCA 職員に実際に担当してもらい実施した。その結果、DIPROCA 職員 10 名が内部監査員として養成された。これらの活動によって、ラボ職員全員が、ISO17025 に基づく内部監査の知識だけでなく内部監査を自ら実施できるようになり、その目的は達成された。

【活動 2-10】 ANAM 環境質ラボが作成した SOP 及び QA/QC システムに基づく管理が行われる。

【活動 2-9】 で実施した記録の管理の内部監査ならびにラボ長・ラボ職員との継続的な協議を通して支援した。ラボの QA/QC システムに関するマニュアル・手順書、文書、技術記録等は、ISO17025 に基づいて本プロジェクト後半時にほぼ整備されてきた。しかしながら、例えば是正処置はその手順書に基づき実施されていなかったため、ラボの現状（人材不足等）を考慮し、実施可能な是正処置手順書に修正する等の支援を実施した。これらの活動により、ラボ職員がラボの現状を踏まえた上で QA/QC システムに基づき管理する事の重要性を認識したと言え、その目的は基本的に達成された。今後はラボ職員自らが、ANAM 環境質ラボでの QA/QC システムの問題・課題を把握し、継続的な改善を図っていく事が必要となる。

### 5.2.3 「成果 3: ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。」の達成状況

【活動 3-1】 水質モニタリングのためのモデル流域を選定する。

モデル流域を選定する際、プロジェクトのオーナーシップはパナマ側にあること、そのため、積極的に意見を言ってもらうように伝えた。その結果、C/P 同士が意見交換し、提案するモデル流域を選定した理由に関しても発言してもらった。その結果、La Villa 川流域をモデル流域として選定した。その選定理由は、i) パナマ国の 10 の優先流域の一つとして選定されていること、ii) 汚濁源の種類が多いこと、iii) 河川水が上水、農業用水、工業用水として利用され、重要な資源として位置づけられていること、iv) 同国における経済的活動の寄与が大きい地域であること、などである。これらに関して、JET もその根拠となるデータを収集し、C/P 側からの提案が適切であると判

断し、お互いの合意のもと、モデル流域を La Villa 川流域とした。以上の活動より、合理的な選定理由に基づきモデル流域が選定された。

**【活動 3-2】** ANAM 環境質ラボ職員が業種別に必要な分析項目・サンプリング手法に関する知識を習得する。

ラボ職員は、分析化学の知見を有する人材がほとんどであり、排水処理などを扱う環境工学の知見に関して乏しい傾向が見られた。そのため、ラボの活動に身近な環境工学的な知見を広げることが主な目的として講義や指導を行った。最初に、養豚場で設置されているラグーンでの処理メカニズムを講義した。この講義を通して、適切な処理およびラグーンから排水が越流した際の汚濁に関する知識を習得することができた。次に、金鉱山での Hg やシアンの利用についても講義した。この講義を通して、どのように Hg やシアンが金を採取する際に使用されるかを含め、Hg の毒性や pH によるシアンの挙動などに関する知識をラボ職員が習得することができた。さらに、金鉱山で採水したサンプルの保管方法に関して指導した。これまで、採水は、河川同様プラスチック製容器を用いて保存していた。しかし、無機水銀は、プラスチック製容器の内面に吸着することが知られている。その結果、検出感度を低下させることになる。このような検出感度の低下を避けるためには、ガラス容器を用いることで改善できる。このようにラボの活動に身近な分析項目・サンプリング手法などの実践的な支援を通じて、この活動は達成された。

**【活動 3-3】** ANAM 環境質ラボ職員が異常水質の汚染原因推測に関する知識を事例から習得する。

ANAM 環境質ラボでは、多数の環境関連データを図化し視覚的に把握するというアプローチを行ったことがなかった。そこで、環境関連データを視覚的に把握するため、La Villa 川流域の汚濁源として上げられる工場、養豚場、ゴミ投棄場、屠殺場を GIS に入力し、流域内での位置や河川までの距離を視覚的に示した。その結果、異常水質が発生する可能性の位置や汚濁源を容易に推測することができた。また、水質の相関関係から、異常水質か測定ミスの可能性かを把握する手法に関する支援した。それは TS と SS+DS や、DS と EC の相関関係から把握する手法である。さらに、季節変化や経年変化を容易に把握するための Excel の Pivot table の機能を用いたグラフの作成に関する支援した。このようなグラフから、水質が通常値、また異常値なのかを容易に推測することができる。以上の活動により、異常水質の汚染原因推測に関する知識の習得が達成された。

**【活動 3-4】** ANAM 環境質ラボ職員が水環境における汚染物質の拡散・挙動に関する知識を習得する。

汚染物質の拡散・挙動に関して、基本的な概念となる希釈と自浄作用に関して支援した。具体的には、排水が河川水と合流した際の希釈される水質や河川の自浄作用の計算方法に関して講義した。特に希釈される水質の計算方法は、排水基準を設定するために必要な知識である。また、自

浄作用は時間に影響されるため、河川の流速によって、水質の位置的な影響範囲が左右されることになる。これらに関する知識をラボ職員は習得した。但し、【活動 3-2】で記述したとおり、ラボ職員は、分析化学の知見を有する人材がほとんどであり、排水処理などを扱う環境工学の知見に関して乏しい傾向が見られた。そのため、C/P 自身が希釈や自浄作用を計算できるようになるためには、さらなる支援が必要となる。

**【活動 3-5】 ANAM 環境質ラボが利水条件や汚染源を考慮した水質モニタリング計画を作成する。**

水質モニタリング計画書は、一般的に組織の長が作成・管理を行う。そのため、ラボ長を中心として支援した。最初に、La Villa 川流域の人口分布、工場、養豚場、屠殺場、既存のモニタリング箇所を含めた地図、土地利用分布、浸食作用、水質の経年変化及び季節変化などを含めたグラフを作成した。これらをもとに、今後の分析項目、モニタリング箇所、分析頻度などを含めた水質モニタリング計画を作成した。今後 C/P 自身が他流域の水質モニタリング計画書を作成し、継続した活動によって作成技術を定着させる必要がある。

**【活動 3-6】 ANAM 環境質ラボが現行の水質・排水基準を評価するためのデータを提供する。**

パナマでは、河川水質基準を制定するための作業が進められており、2012 年 9 月時点でもまだ基準は制定されていない。そのため、この支援は非常に重要であり、できるだけ多くの事例を紹介し、講義することとした。具体的には、日本、UK、米国フロリダ州、ブラジルの河川水質基準の比較し、水質基準の概念、基準値の定義（最大値、平均値、百分率等）、基準値などを説明した。パナマ国では、河川水質基準が制定されていないが、河川水質は、水質インデックスを用いて河川水質の良否を評価している。このパナマの基準の利点・欠点などについても説明した。さらに、業種別に基準が制定されている 4 ヶ国（パナマ、日本、コスタリカ、コロンビア）の排水基準に関して C/P に講義した。その際、日本では、放流先、処理場のタイプ別にさらに細かい基準を制定していることも説明した。以上の活動より、C/P の水質・排水基準を評価するためのデータを提供する能力を向上させることができた。

表 5.3 各活動実績と担当した C/P

成果 1: ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が強化される。

活動	計画 /実績	日程												担当 専門家	担当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: ANAM環境質ラボのモニタリング・分析技術の現況を把握する。	計画	●	●																佐藤 松井 橋本	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Mr. Eduviges Núñez (2010.6退職) Mr. Roberto Rey (2010.6退職) Ms. Ismenia Espino (2010.10退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10退職) Mr. José Ortega (2010.10退職) Mr. Alexis Amor (2009.6退職) Mr. Julio Arosemena (2009.10退職)
	実績	●	●	●	●	●	●	●	●	●										
1-2: ANAMの環境管理に必要な分析項目を選定する。	計画	●	●																細野 佐藤 水野 松井	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Dr. Belgis Chial (2009.6退職) Mr. Eduviges Núñez (2010.6退職) Mr. Roberto Rey (2010.6退職) Ms. Ismenia Espino (2010.10退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10退職) Mr. José Ortega (2010.10退職) Mr. Alexis Amor (2009.6退職) Mr. Julio Arosemena (2009.10退職)
	実績	●	●																	



成果 2: ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善する。

活動	計画/実績	日程															担当 専門家	担当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: ANAM環境質ラボのサンプリング・分析工程のSOPの作成状況を把握する。	計画	●	●																水野 松井	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Dr. Belgis Chial (2009.6退職) Mr. Eduvigés Núñez (2010.6退職) Mr. Roberto Rey (2010.6退職) Ms. Ismenia Espino (2010.10退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10退職) Mr. José Ortega (2010.10退職) Mr. Alexis Amor (2009.6退職) Mr. Julio Arosemena (2009.10退職)
	実績	●	●																	
2-2: ANAM環境質ラボのSOP作成能力を把握する。	計画	●	●																水野 松井	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Dr. Belgis Chial (2009.6退職) Mr. Eduvigés Núñez (2010.6退職) Mr. Roberto Rey (2010.6退職) Ms. Ismenia Espino (2010.10退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10退職) Mr. José Ortega (2010.10退職) Mr. Alexis Amor (2009.6退職) Mr. Julio Arosemena (2009.10退職)
	実績	●	●																	





活動	計画 /実績	日程															担当 専門家	担当C/P			
		2008		2009				2010				2011				2012					
		11	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3	6	9	12	3			6	9	
2-9: ANAM環境質ラボ職員に対して、QA/QCシステムを管理するための内部監査トレーニングを行なう。	計画																			伊藤 石川	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Mr. Olmedo Pérez Núñez Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monroy (2012.9退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8退職) Ms. Marcia Gonzales Ms. Tidiam Kale Santamaría (2011.5退職)
	実績																				
2-10: ANAM環境質ラボが作成したSOP及びQA/QCシステムに基づく管理が行われる。	計画																			伊藤 石川	Ms. Ana Raquel Tuñon Ms. Ana Luisa García (2012.4退職)
	実績																				

成果 3: ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。

活動	計画/実績	日程															担当 専門家	担当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: 水質モニタリングのためのモデル流域を選定する。	計画			●															細野 佐藤 水野 松井	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Dr. Belgis Chial (2009.6退職) Mr. Eduviges Núñez (2010.6退職) Mr. Roberto Rey (2010.6退職) Ms. Ismenia Espino (2010.10退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10退職) Mr. José Ortega (2010.10退職) Mr. Alexis Amor (2009.6退職) Mr. Julio Arosemena (2009.10退職)
	実績	●	●	●																
3-2: ANAM環境質ラボ職員が業種別に必要な分析項目・サンプリング手法に関する知識を習得する。	計画			●	●	●	●	●	●										細野 佐藤	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Mr. Olmedo Pérez Núñez Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8退職) Ms. Dessy Garrido (2010.10退職)
	実績								●	●	●	●	●	●	●	●	●	●		
3-3: ANAM環境質ラボ職員が異常水質の汚染原因推測に関する知識を事例から習得する。	計画			●	●	●	●	●											佐藤 水野	Mr. Aristides Falcón Ms. Julia Pineda Ms. Yahaira Espinosa Ms. Ana Raquel Tuñon Mr. Olmedo Pérez Núñez Ms. Janell Magué Cerceño Mr. Dionis Alejandro Díaz Monrroy (2012.9退職) Ms. Lizbeth del C. Brito Peña (2012.8退職)
	実績								●	●	●	●	●	●	●	●	●	●		



## 第6章 専門家派遣実績及び投入実績

### 6.1 日本側投入実績

#### 6.1.1 専門家派遣実績

専門家派遣実績のまとめを表 6.1 に、詳細を図 6.1-図 6.5 に示す

表 6.1 専門家派遣実績のまとめ

	現地(人月)	国内(人月)	合計(人月)
2008年度	4.70	0.30	5.00
2009年度	14.03	0.40	14.43
2010年度	16.76	0.00	16.76
2011年度	16.20	0.00	16.20
2012年度	8.50	0.00	8.50
合計	60.19	0.70	60.89

図 6.1 専門家派遣実績：2008年度

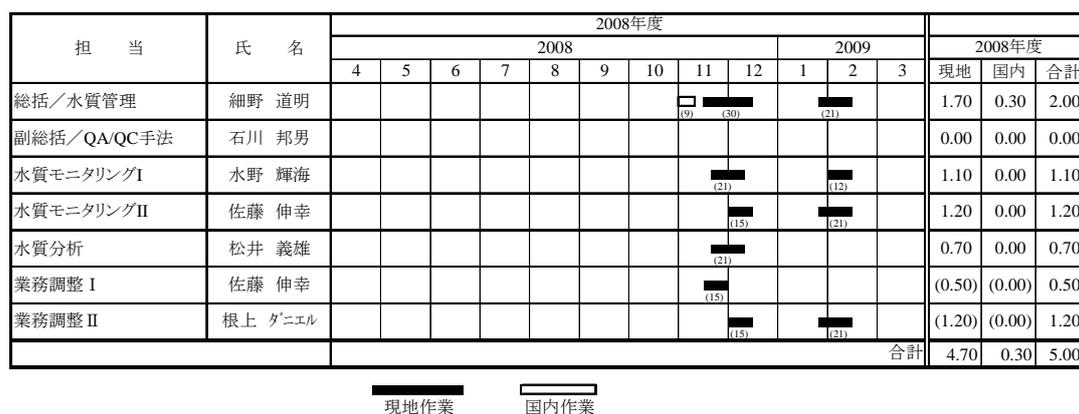


図 6.2 専門家派遣実績：2009年度

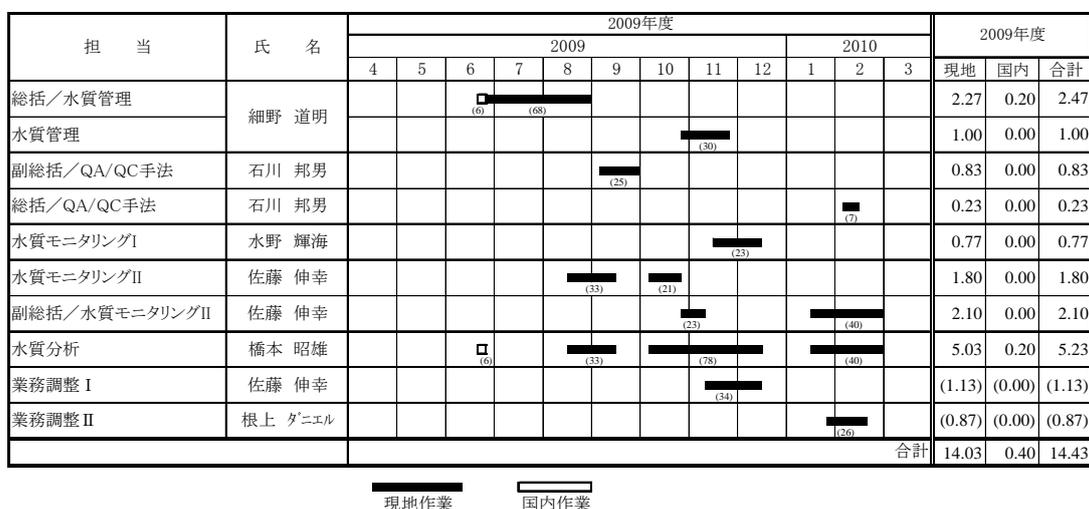


図 6.3 専門家派遣実績：2010 年度

担 当	氏 名	2010年度											2010年度							
		2010										2011			現地	国内	合計			
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3							
総括/QA/QC手法	石川 邦男																	1.00	0.00	1.00
QA/QC手法II	伊藤 毅																	1.00	0.00	1.00
総括代行/QA/QC手法II																		2.53	0.00	2.53
水質モニタリング	水野 輝海																	1.40	0.00	1.40
副総括/水質管理	佐藤 伸幸																	7.30	0.00	7.30
水質分析	橋本 昭雄																	3.53	0.00	3.53
業務調整 I	佐藤 伸幸																	(1.10)	(0.00)	(1.10)
業務調整 II	陸田 径典																	(0.90)	(0.00)	(0.90)
合計																	16.76	0.00	16.76	

図 6.4 専門家派遣実績：2011 年度

担 当	氏 名	2011年度											2010年度							
		2011										2012			現地	国内	合計			
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3							
QA/QC手法	石川 邦男																	1.40	0.00	1.40
総括/QA/QC手法II	伊藤 毅																	2.40	0.00	2.40
副総括/水質管理	佐藤 伸幸																	7.93	0.00	7.93
水質分析	橋本 昭雄																	1.40	0.00	1.40
水質分析 II	陸田 径典																	(3.07)	(0.00)	(3.07)
業務調整 II	陸田 径典																	(2.00)	(0.00)	(2.00)
合計																	16.20	0.00	16.20	

図 6.5 専門家派遣実績：2012 年度

担 当	氏 名	2012年度											2010年度							
		2012										2013			現地	国内	合計			
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3							
総括/QA/QC手法II	伊藤 毅																	2.63	0.00	2.63
副総括/水質管理	佐藤 伸幸																	3.30	0.00	3.30
水質分析 II	陸田 径典																	2.57	0.00	2.57
業務調整 I	原田 拓也																	(1.27)	(0.00)	(1.27)
業務調整 II	陸田 径典																	(0.73)	(0.00)	(0.73)
合計																	8.50	0.00	8.50	

### 6.1.2 研修員受入実績

研修員受入は2回実施された。下記に概要を示す。

表 6.2 第1回 本邦研修の概要

氏名	Dr. (Ms.) Denise Marie Delvalle
研修分野	水質管理行政
研修期間	平成 22 年 8 月 23 日～平成 22 年 8 月 27 日
研修概要	講義、実技、視察等を通して下記 4 項目の知見を深めるとことを到達目標として、実施した。 1) 水質モニタリング計画の適切に作成するための知見 2) 水質モニタリングデータの解析および活用に関するための知見 3) 水質モニタリング結果から現状の環境の適正な評価に関する知見 4) 現状の環境情報を把握した後の改善策の知見

表 6.3 第2回 本邦研修の概要

氏名	Mr. Olmedo Pérez Nuñez、Ms. Yahaira Espinosa
研修分野	水質分析
研修期間	平成 23 年 10 月 31 日～平成 23 年 11 月 4 日
研修概要	講義、実技、視察等を通して下記 4 項目の知見を深めるとことを到達目標として、実施した。 1) 微量分析で用いる機器の使用および保管に関する知見 2) 微量分析におけるサンプルの保管方法に関する知見 3) 微量分析結果の精度に関する知見 4) 微量汚染物質による被害に関する知見

### 6.1.3 供与機材実績

供与機材は添付資料 6.1 に示すとおりである。尚、供与機材の所有権移転した際、専門家チームおよび ANAM がレターを交換した。このレターを添付資料 6.2 に示す。

## 6.1.4 現地業務費実績

項目別各年現地業務費を表 6.4 に示す。

表 6.4 現地業務費実績表

単位：円

項目	第 1 年次	第 2 年次	第 3 年次	第 4 年次	第 5 年次 <sup>1)</sup>	合計 <sup>2)</sup>
一般業務費（研修・管理以外）	2,872,000	7,049,000	6,104,000	4,549,000	3,891,000	24,465,000
供与機材購入費	0	0	0	0	0	0
供与機材輸送費	0	0	0	0	0	0
携行機材購入費	0	0	0	0	0	0
携行機材輸送費	0	0	0	0	0	0
その他の機材購入費	535,000	8,767,000	831,000	323,000	185,000	10,641,000
その他の機材輸送費	66,000	1,575,000	1,982,000	558,000	263,000	4,444,000
報告書作成費（印刷製本費）	147,000	138,000	91,000	60,000	94,000	530,000
報告書作成費（印刷製本費を除く）	640,000	1,448,000	645,000	0	234,000	2,967,000
契約に含まれる国別研修	0	0	521,000	528,000	0	1,049,000
合計	4,260,000	18,977,000	10,174,000	6,018,000	4,667,000	44,096,000

1) 第 5 年次は推定額

2) 第 1 年次から第 4 年次の実績額と第 5 年次の推定額の合計

## 6.2 パナマ側投入実績

パナマ側の投入実績として、PDM の各指標への C/P の投入を表 6.5 に示す。また、ANAM 環境質ラボの予算および執行額を表 6.6 に示す。

表 6.5 PDM の各指標への C/P の投入

成果	指 標	C/P
1 ANAM 環境質 ラボのサンプ リング・分析 技術能力が向 上する。	1.1	少なくとも 20 パラメータ ーの分析手法が確立され る。 Yahaira, Olmedo, Janell, Dionis (2012.9 退職), Lizbeth (2012.8 退職), Ana García (2012.4 退職), Roberto (2010.6 退 職), Jetzabel (2010.8 退職)
	1.2	ANAM 環境質ラボ職員が 成果 2 に関連する活動に より確立された SOP に基 づいて分析する技術を獲 得する。 Julia, Yahaira, Ana Tuñon, Olmedo, Janell, Dionis (2012.9 退 職), Lizbeth (2012.8 退職), Ana García (2012.4 退職), Roberto (2010.6 退職), Ismenia (2010.10 退職), Dessy (2010.10 退職)
	1.3	ANAM 環境質ラボ職員が 成果 2 に関連する活動に より確立された SOP に基 づいてサンプリング技術 を獲得する。 Yahaira, Ana Tuñon, Olmedo, Dionis (2012.9 退職), Ismenia (2010.10 退職), Roberto (2010.6 退職), Dessy (2010.10 退 職), José (2010.10 退職), Jetzabel (2010.8 退職)
	1.4	確立された SOP に基づい て 2,000 の項目が毎年サ ンプリングされる。 Julia, Yahaira, Ana Tuñon, Olmedo, Janell, Dionis (2012.9 退 職), Lizbeth (2012.8 退職), Ana García (2012.4 退職), Eduviges (2010.6 退職), Roberto (2010.6 退職), Ismenia (2010.10 退職), Dessy (2010.10 退職), José (2010.10 退職)
2 ANAM 環境質 ラボの QA/QC 手法が改善さ れる。	2.1	ANAM 環境質ラボ職員が 校正(キャリブレーション)手法を 習得する。 Yahaira, Olmedo, Dionis (2012.9 退職), Ismenia (2010.10 退 職), Dessy (2010.10 退職), Jetzabel (2010.8 退職)
	2.2	ANAM 環境質ラボ職員が 不確実性試算手法を習得 する。 Denise, Falcón, Julia, Yahaira, Ana Tuñon, Olmedo, Janell, Dionis (2012.9 退職), Ana García (2012.4 退職), Roberto (2010.6 退職), Ismenia (2010.10 退職), Dessy (2010.10 退 職), José (2010.10 退職)
	2.3	少なくとも 20 パラメータ ーの SOP が作成される。 Yahaira, Olmedo, Janell, Dionis (2012.9 退職), Lizbeth (2012.8 退職), Ana García (2012.4 退職), Roberto (2010.6 退 職), Jetzabel (2010.8 退職)
	2.4	20 パラメーターの SOPs と技術記録の管理が ISO 17025 に基づき実施され る。 Denise, Falcón, Julia, Ana Tuñon, Olmedo, Dionis (2012.9 退職), Lizbeth (2012.8 退職), Ana García (2012.4 退職)
	2.5	DIPROCA から、少なくと も 10 名が内部監査員とな り、QA/QC 手法に基づい て内部監査を実施する。 Falcón, Julia, Yahaira, Ana Tuñon, Olmedo, Janell, Dionis (2012.9 退職), Lizbeth (2012.8 退職), Marcia, Tidiam (2011.5 退職)
3 ANAM 環境質 ラボの環境モ ニタリングに 基づく科学的 知見を提供す る能力が強化 される。	3.1	ANAM 環境質ラボ職員が 産業排水のモニタリング 技術を獲得する。 Julia, Dessy (2010.10 退職)
	3.2	ANAM 環境質ラボ職員が 水質の解釈能力を獲得す る。 Falcón, Yahaira, Ana Tuñon, Olmedo, Janell, Dionis (2012.9 退職), Lizbeth (2012.8 退職)
	3.3	ANAM 環境質ラボ職員が 水環境における汚染物質 の挙動に係る解析知識を 習得する。 Falcón, Julia, Ana Tuñon, Olmedo, Yahaira, Janell, Lizbeth (2012.8 退職)
	3.4	選定された 1 モデル流域 での水質モニタリング計 画が作成される。 Falcón, Julia, Ana Tuñon, Olmedo, Janell, Lizbeth (2012.8 退職), Ana García (2012.4 退職), Dessy (2010.10 退職)
	3.5	ANAM 環境質ラボ職員が 水質基準の妥当性を評価 する能力を獲得する。 Denise, Falcón, Julia, Ana Tuñon, Olmedo, Yahaira, Janell, Dionis (2012.9 退職), Lizbeth (2012.8 退職), Ana García (2012.4 退職)

表 6.6 ANAM 環境質ラボの予算および執行額

	予算額 (US\$)	執行額 (US\$)
2008 年	170,000	366,175
2009 年	170,000	133,822
2010 年	148,000	115,705
2011 年	105,800	52,591
2012 年	175,000	-

注：予算額および執行額には人件費は含まない。

## 第7章 プロジェクト実施運営上の工夫、教訓、提言

### 1. 工夫

本プロジェクトではこれまで記述したように、技術協力プロジェクトの期間中に責任者が頻繁に交代したり、ANAM 環境質ラボ職員（C/P）が突然辞職したり、分析機器の故障により技術支援項目が実施できなかったことなど、マイナスの要因がいくつか生じて、技術支援を効果的に実施するには多くの工夫が必要であった。以下にその主なものを述べる。

#### 1) C/P へのフレキシブルかつ適切な支援

プロジェクト前半期は、ラボ職員（C/P）および C/P 側責任者が頻繁に交代し、技術協力に関わる効率性の低下が懸念されていた。また、住民からの苦情による水質サンプリング・分析報告の緊急実施等の突発的な業務も発生していた。そこで、お互いの理解を深め、より密接な情報交換を目的として副総括／水質管理担当の佐藤専門家が、プロジェクト後半期の第3年次および第4年次において現地に長期間滞在し、業務に従事した。

佐藤専門家は、現地において、C/P の交代や業務の状況から、その時点においてどのような支援が必要とされるか、また、どのような支援内容が実施可能かを、日本に待機している専門家に適宜伝えた。各専門家は、その情報をもとに当初予定している内容から、必要とされている支援内容への修正を事前に準備することができた。その結果、各専門家は、現地派遣後、変化した状況を改めて把握することに時間を費やすことなく、技術支援を実施することができたと考えている。

#### 2) 習得した技術の定着及び技術の継承

ラボ職員は、プロジェクトによる技術支援とは別に河川の水質測定などの本来業務を有しており、全ての技術支援をラボ職員全員に実施することは実際には不可能であり、職員の有する技術分野を考慮すると現実的ではなかった。そこで、技術支援を受けたラボ職員は、習得した技術を他 C/P と共有することを目的として、取得した技術内容をラボ職員自身に TC で発表してもらった（表 3.5 参照）。この方法は、技術の共有に加え、C/P がどれだけその内容を理解したかを確認する上でも有効であった。また、後述する「2. 教訓」でも記載しているように、多くのラボ職員が本プロジェクト期間中に交代したが、出来るだけ複数のラボ職員に対して技術支援を実施して、技術が順調に継承されるように試みた。（表 3.1 参照）。

#### 3) JCC 等でのプロジェクト概要の広報活動

本プロジェクトは、主に ANAM 環境質ラボ職員に対する水質モニタリング技術に関して、ラボ内及び現場での技術支援であった。そのため、プロジェクト活動が、パナマ国の一般市民に知らされるような機会は、ほとんどない状況であった。そこで、専門家の中には、インドネシア及びフィリピンで一般市民やマス・メディアを招いた報告会を行うことで広報活動を展開した良い事例

を経験している者がおり、その経験を参考に、第4年次の第5回 JCC ならび第5年次の最終 JCC では、現地マス・メディア（テレビ・新聞社）も参加者として招待し、プロジェクト広報も目的の一つとしたセミナーを開催した。一般的に理解しにくい水質モニタリング技術における能力強化に関する技術協力プロジェクトを、パナマ国の一般市民にその目的、成果等を理解してもらう一助になったと理解している。

## 2. 教訓

### 日本側

本プロジェクトの実施を通じた日本側の今後の教訓としては次のような事が言えると考ええる。

#### 1) C/P の現状やニーズに柔軟に対応出来る専門家の投入

プロジェクトが開始されてから、第3年次まで多くの C/P が交代し、既に支援した同じ内容を再度支援することが必要な場合があった。また、ANAM 側のモニタリング項目の優先順位も時間とともに変化し、それに対応する必要があった。このように C/P 側が期待する多様な支援方法・内容に柔軟に対応し、かつ、プロジェクトに求められる成果を期間内に達成するために、専門家チームは、柔軟性を兼ね備えた専門家を投入した。この結果、効率的かつ効果的にプロジェクトを進捗することができ、プロジェクト目標を概ね達成することができた。このような技術協力プロジェクトに投入する専門家は、日本とは異なる現地側の仕事の取り組み方を尊重し、C/P ならびに専門家チームと協調して柔軟に対応できることが非常に重要であると考ええる。

#### 2) 復習を念頭に置いた短期間滞在の専門家の技術支援方法

本プロジェクトの第3年次以降は、出来る限り長期滞在が可能な専門家を投入した。その効果は、「1. 工夫、1) C/P へのフレキシブルかつ適切な支援」に記述したとおり、非常に有効であった。一方、支援する専門分野の内容と、C/P 側の受け入れタイミングの不一致等から、1回の現地従事期間が1ヶ月程度で、かつ、次の現地支援が数ヶ月後であった専門家もいた。それぞれの現地での活動は、ある程度完結した支援内容であったが、次の現地活動で、前回と関連した支援を行った際、既に C/P が忘れていた知見・技術がある事をその会の支援活動の後半に専門家が理解することもあった。このため、パナマという中南米諸国の「わかってなくてもわかってないと言わない」等の特性もあると理解するが、特に上記のようなスポット的に現地で従事する専門家は、前回の支援内容をその都度 C/P に確認して、C/P が習得した技術を復習してもらい、より自分のものとしてもらうようにする事が重要であった。

### パナマ側

下記3項目がパナマ側に関連する教訓として挙げられる。これらは、本プロジェクトの Project Director 等、ANAM の権限だけで完全に改善されるものではないが、ラボ活動が持続性を保ち、発展することを願い記述する。

## 1) ラボ職員の雇用の安定

プロジェクト期間中、技術支援を受けた C/P が頻繁に交代した。ラボ職員の交代は、技術の継承を非常に困難にさせるものである。プロジェクトの前半期において 9 名のラボ職員が退職・異動していたが、2010 年 11 月以降は、ラボ職員は 4 名の退職者（2012 年 9 月時点）のみであり、今後もこのような雇用の安定を継続することが、ANAM 環境質ラボの持続性にとって極めて重要である。そのためには、長期的な視点に基づくラボ職員確保のための予算執行、ラボ職員への継続従事に対する何らかのインセンティブの付与他、ANAM 環境質ラボの持続性を担保するための配慮が今後も不可欠と言える。

## 2) 項目別主・副担当者の配置と新規雇用

表 3.1 に示したとおり、多くのラボ職員に対して分析技術支援を実施した。この支援を通じた教訓として、分析作業時間や項目ごとの関連性のバランス、職員の雇用形態などを考慮した職員の配置が必要だと言える。これを踏まえた項目別の主担当及び副担当を表 7.1 のとおり C/P 側と共に確認した。但し、項目によっては非常に困難な作業もある。全ての項目を定期的に分析し、技術を維持するためには、現在、進められている 3 名の新規雇用が重要となる。新規職員が雇用された際には、全体的なバランスを考慮し、担当を再度修正する必要がある。

表 7.1 項目毎の主担当・副担当の配置

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

### 3) 分析機器の安定稼働

修理が必要な分析機器や電気容量の不足によって使用できない機器等がある。たとえば、フェーズⅠ実施時に稼働していた原子吸光光度計(AAS)はフェーズⅡ実施前に故障していた。このAASはフェーズⅡ実施時に専門家チームによるサポートもあり、修理され一時的に稼働した。しかし、2010年1月に再度故障し稼働しなくなった。これに対し、専門家チームは、ANAMに対して、稼働のためのCPU及び電源ボックス交換の予算確保の依頼ならびに機器代理店からの情報提供等を行ってきた。このようなことから、今後は、C/P自らが、分析機器やラボのインフラ整備に関して、必要な改善の優先順位をつけ、随時対応する必要がある。

一方で、購入から既に多くの年数を経ている高額な分析機器については、ANAM環境質ラボでの用途、修理部品の調達に関する容易さ・コストを精査する必要がある。そして、新規購入が妥当な場合は、初期投資だけでなく、保守を考慮した長期的な予算を確保する必要がある。

さらに、高額な水質分析機器の安定稼働については、ANAMの予算執行状況を踏まえた電気容量の他、空調機器等の安定稼働に必須となる基本インフラの維持管理、ANAM環境質ラボ職員の人材育成および人員確保に関して、予算と共に慎重に検討する必要がある。なお、フェーズⅡの終了までに、重金属分析の要の機器である原子吸光光度計が再び稼働する状況にならなかったことは課題として残っている。

## 3. 提言

### 1) 全般的な提言

次のレベルを見据えたANAM環境質ラボの将来計画を、ANAMのDIPROCAが立案することを提言する。その計画に従い、ラボ職員の確保や分析機器の修理を行なうこととする。また、計画には、ANAM環境情報システム開発局などの他の部局や地方事務所との連携なども含めることが望ましい。さらに、現在、準備している河川環境基準が施行されると、ANAM環境質ラボの活動内容もその基準に準じたモニタリングが求められることから、ANAM環境質ラボの将来計画が重要となる。

### 2) 各成果に関わる提言

成果1に関しては、現在実施中の河川水環境調査に加えて、当プロジェクトで技術支援してきた分析項目を追加して、継続的に分析することを提言する。さらに、表7.1に示したように、分析項目毎の主担当・副担当をラボ内で配置し、ラボ職員全体への項目毎の分析技術の普及・継承に取り組むことが効果的と考える。

成果2に関しては、当プロジェクトで技術支援した精度管理等を日常業務に活用し、着実にかつ継続的に実施することを提言する。その後、ISO17025取得に関する現実的で計画的な準備をしつ

つ、さらなる QA/QC システムの改善、分析精度の向上を図ることである。ISO17025 取得に関しては、まずは分析や管理の比較的容易な 1 項目もしくは 2 項目の分析項目について ISO17025 認定を受け、そのノウハウを学び、ラボ職員が自信をつけた後、その他の項目に関しての認定を受けることが得策と考える。なお、IDB による支援は、既述したように 8 項目の SOP 作成支援、精度管理に関する講義、ISO17025 に関する一般的な概念の研修、ラボ長への内部監査トレーニング (1 回) が、本格的には、2009 年 7 月から 2010 年 3 月まで実施されたが、2012 年 10 月の現時点では認証取得は未だ達成されておらず課題となっている。

成果 3 に関しては、本プロジェクトで作成した水質モニタリング計画に基づいて、検証的な現地調査の実施を提言する。次に、パナマ国の現状を理解した上で、他流域においても水質モニタリング計画を作成することを提言する。

### 3) プロジェクト目標及び上位目標に関連する提言

プロジェクト目標は「ANAM 環境質ラボが QA/QC システムの導入により、ANAM の環境管理に資するような信頼性のある情報を提供できる。」であり、この目標は、ほぼ達成されたと考える。さらに、前述した提言等を C/P 側が確実に実行すれば、本プロジェクトの上位目標である「パナマ国における水質 (表流水、排水) 基準の達成度管理能力が強化される。」についても、その達成は可能となる。具体的には、本プロジェクトで支援した SOP に基づき、在職者はその能力を維持し、新規職員は容易に高度な分析技術をマスターすることができる。さらに分析能力を向上させる一方で、綿密な計画に基づく水質モニタリングの継続的な実施により、水質の長期的なデータの蓄積を図り、発生源からの排水を監視し、水質基準値との照合を行い、パナマ国の水質の現状を把握していくことができる。この結果により、これまで明らかにならなかった水質汚濁や汚染地域が特定される場合は、ANAM は現地関連機関とともにその対策について、本プロジェクトで学んだ日本を含めた諸外国での事例を参考として、ANAM の水質管理に関する行政管理能力を向上させていくことができる。

### 4) ANAM 環境質ラボの運営に関する ANAM の一貫した長期的な政策支援

現地の政治的な影響ではあるが、プロジェクト・ディレクター (ANAM 次官)、プロジェクト・マネージャー (ANAM DIPROCA 局長) の突然の交代等が本プロジェクト期間中に数度もあり、ANAM 環境質ラボの運営に関する意思決定・政策支援が一貫してなく、ラボ運営に支障が出ることがあった。これらを踏まえると、ラボの分析機材の稼動に十分な電気容量の確保、日常の分析・モニタリング活動費用、分析機材の維持管理・修理費に関わる予算執行、また、ラボ職員の人材確保等について、長期的な視点から継続して実施されるように上位機関である DIPROCA が努力する必要がある。

## 第8章 JCC 開催記録

表 8.1 のとおり JCC を開催した。尚、議事録は添付資料 8.1 に示す。

表 8.1 JCC の開催

JCC	開催日	主な議題
第 1 回	2008 年 12 月 3 日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ インセプション・レポートの最終化（プロジェクトの全般的な理解、JCC のメンバーの確認、プロジェクト活動の設計）</li> <li>・ JET の事務所スペース</li> <li>・ JET 用の車両</li> </ul>
第 2 回	2009 年 2 月 5 日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ インセプション・レポートの承認</li> </ul>
第 3 回	2010 年 2 月 3 日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ プロジェクト活動（2009 年 6 月～2010 年 1 月）の承認</li> <li>・ プロジェクト事業進捗報告書（第 3 号）の承認</li> <li>・ プロジェクト活動（2010 年 5 月～2011 年 2 月まで）概要の合意</li> <li>・ PDM の各指標の評価方法</li> <li>・ ANAM ラボの必要なインフラ資機材のアレンジ</li> </ul>
第 4 回	2011 年 2 月 4 日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ プロジェクト活動（2010 年 6 月～2011 年 1 月）の承認</li> <li>・ プロジェクト事業進捗報告書（第 5 号）の承認</li> <li>・ プロジェクト活動（2011 年 5 月～2012 年 2 月まで）概要の合意</li> <li>・ ANAM ラボの必要なインフラ資機材の改善</li> <li>・ ラボ職員の雇用状況</li> </ul>
第 5 回	2011 年 11 月 16 日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ プロジェクト活動（2011 年 5 月から 2011 年 9 月）の承認</li> <li>・ プロジェクト事業進捗報告書（第 6 号）の承認</li> <li>・ プロジェクト活動（2011 年 11 月～2012 年 2 月）概要の合意</li> <li>・ ANAM ラボの必要なインフラ資機材の改善</li> <li>・ ラボ職員の雇用状況</li> </ul>
第 6 回	2012 年 2 月 3 日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ プロジェクト活動（2011 年 5 月～2012 年 2 月）の承認</li> <li>・ 業務完了報告書（第 4 年次）の承認</li> <li>・ プロジェクト活動（2012 年 5 月～2012 年 9 月）概要の合意</li> <li>・ PDM の修正</li> <li>・ ANAM ラボの必要なインフラ資機材の改善</li> </ul>
第 7 回	2012 年 9 月 20 日	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ プロジェクト全体の活動に関する承認</li> <li>・ プロジェクト事業完了報告書の承認</li> </ul>

## 第9章 収集資料一覧表

購入資料リストを添付資料 9.1 に示す。

## 添付資料

添付資料 3.1	SOP.....	A-1
添付資料 3.2	水質モニタリング計画.....	A-2
添付資料 3.3	PDM (version 1).....	A-3
添付資料 3.4	PDM (version 2).....	A-4
添付資料 3.5	PDM (version 3).....	A-5
添付資料 3.6	PDM (Version 1)から PDM (Version 2)への変更内容.....	A-6
添付資料 3.7	PDM (Version 2)からの PDM (Version 3)への変更内容.....	A-7
添付資料 3.8	活動スケジュール.....	A-8
添付資料 3.9	HORIBA D-54 校正マニュアルに関する発表資料.....	A-9
添付資料 3.10	COD の検量線および繰返し試験結果に関する発表資料.....	A-10
添付資料 3.11	BOD の繰返し試験結果に関する発表資料.....	A-11
添付資料 3.12	イオンクロマトグラフの繰返し試験結果に関する発表資料.....	A-12
添付資料 3.13	模擬内部監査の結果.....	A-13
添付資料 3.14	Hg 分析機器の操作概要.....	A-14
添付資料 3.15	Hg 分析手順の要約.....	A-15
添付資料 3.16	マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル概要.....	A-16
添付資料 3.17	マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル.....	A-17
添付資料 3.18	マルチ水質モニタリングシステムの現場での操作状況及び課題.....	A-18
添付資料 3.19	T-coli、F-coli の分析手法の概要及び繰返し分析結果（分析者：Ms. Ana Raquel Tuñon）.....	A-19
添付資料 3.20	T-coli、F-coli の繰返し試験結果（分析者：Ms. Dessy Garrido）.....	A-20
添付資料 3.21	本邦研修で習得した知見に関する発表資料.....	A-21
添付資料 3.22	マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル.....	A-22
添付資料 3.23	Santa María 川における TS、SS、DS、EC の相関関係.....	A-23
添付資料 3.24	EC の一般値.....	A-24
添付資料 3.25	模擬内部監査の結果に関する発表資料：Hg 分析.....	A-25
添付資料 3.26	模擬内部監査の結果に関する発表資料：大腸菌分析.....	A-26
添付資料 3.27	河川流量の測定手順、流量計算等に関する発表資料.....	A-27
添付資料 3.28	模擬内部監査の結果に関する発表資料：洗剤分析.....	A-28

添付資料 3.29	模擬内部監査の結果に関する発表資料：記録の管理 .....	A-29
添付資料 3.30	不確実性試算に関する発表資料 .....	A-30
添付資料 4.1	2012 年度活動計画の議事録 .....	A-31
添付資料 4.2	IC のシール、O リング、ピストンの交換方法 .....	A-32
添付資料 4.3	ウォーターバスの使用方法 .....	A-33
添付資料 4.4	オートクレーブの使用方法 .....	A-34
添付資料 4.5	誤差の伝播則に関する講義資料 .....	A-35
添付資料 4.6	誤差の伝播則に関する宿題 .....	A-36
添付資料 4.7	宿題の正解率および質問に対する回答のまとめ .....	A-37
添付資料 4.8	不確実性因子の抽出に関する講義資料 .....	A-38
添付資料 4.9	誤差要因の抽出 .....	A-39
添付資料 4.10	相対標準不確かさ算出のための情報に関する講義資料 .....	A-40
添付資料 4.11	相対標準不確かさに関する宿題の解答 .....	A-41
添付資料 4.12	相対標準不確かさの算出に関する講義資料 I.....	A-42
添付資料 4.13	相対標準不確かさ算出用の Excel シート .....	A-43
添付資料 4.14	相対標準不確かさの算出に関する講義資料 II.....	A-44
添付資料 4.15	相対標準不確かさの統合に関する講義資料 .....	A-45
添付資料 4.16	コスタリカ、コロンビア、パナマの排水基準 .....	A-46
添付資料 6.1	供与機材リスト .....	A-47
添付資料 6.2	供与機材所有権移転に関するレター .....	A-48
添付資料 8.1	JCC の議事録 .....	A-49
添付資料 9.1	購入資料リスト .....	A-50

添付資料 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>	<h1>MANUAL DE MUESTREO</h1>	<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>0</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>0</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>0</sup> C	1000	24 horas
Grasas y aceites	V	Refrigerar a 4 <sup>0</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>0</sup> C, HCl hasta pH < 2	1000	7 días
Hidrocarburos aromáticos policíclicos	V (oscuro)	Refrigerar a 4 <sup>0</sup> C, HCl hasta pH < 2	1000	7 días
Plaguicidas	V(S)	Refrigerar a 4 <sup>0</sup> C	1000	7 días
Detergentes (SAAM) <sup>(3)</sup>	P o V	Refrigerar a 4 <sup>0</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>0</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>0</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°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>	<h1>MANUAL DE MUESTREO</h1>	<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.

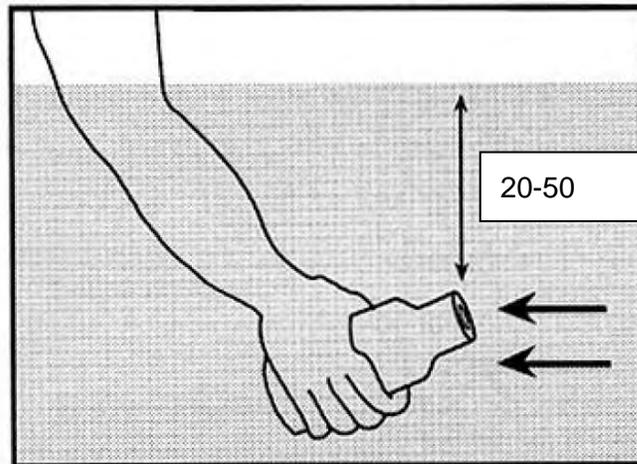
### 2.4.2.3. Cómo tomar la muestra (aguas superficiales)

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 colecta 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>	<h1>MANUAL DE MUESTREO</h1>	<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>	<h2>Cromatografía Líquida (ICS-900)</h2>	<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

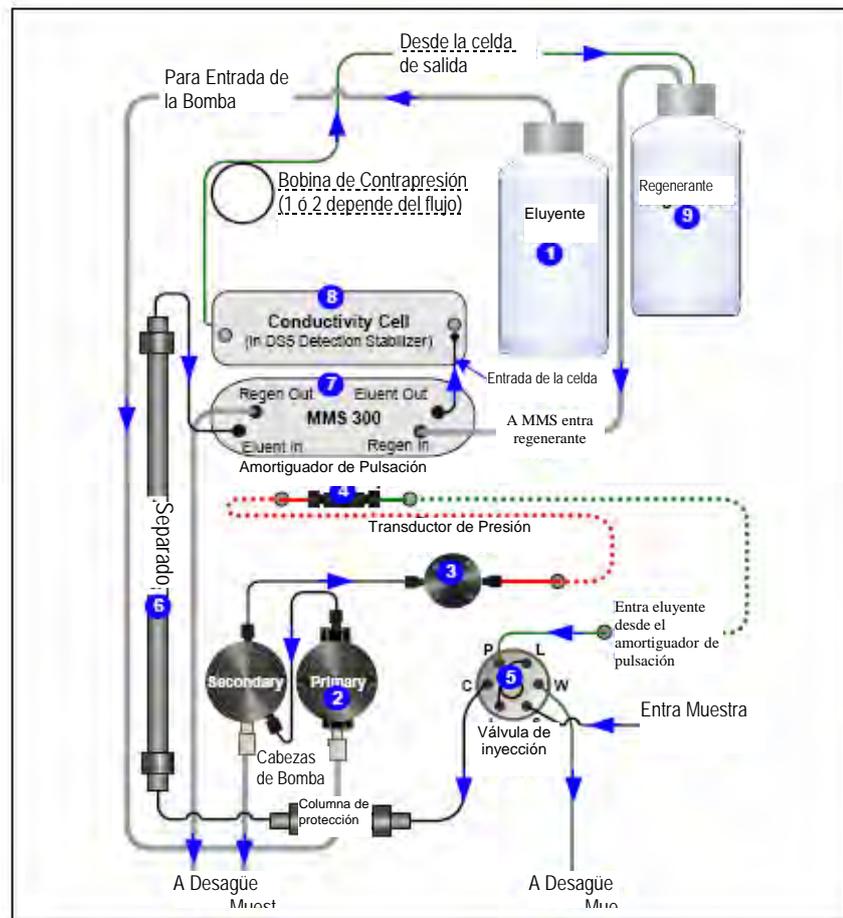


Figura 2-1 Trayectoria del Flujo a través del ICS-900

#### 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>	<h2>Cromatografía Líquida (ICS-900)</h2>	<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).

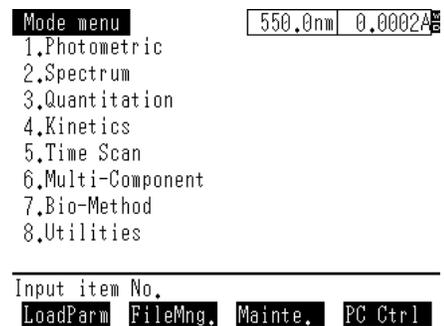


Fig. 1.3

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

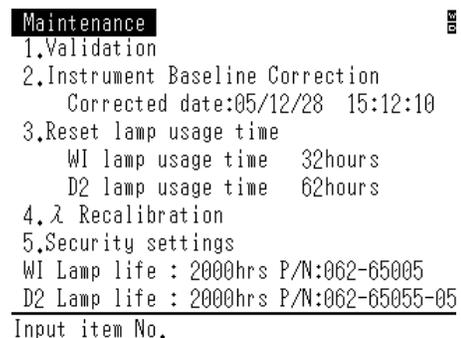


Fig. 1.4

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** .

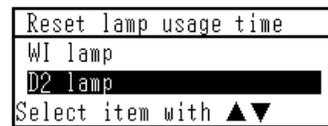


Fig. 1.5

 <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).

 <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> : 6 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	--

## 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

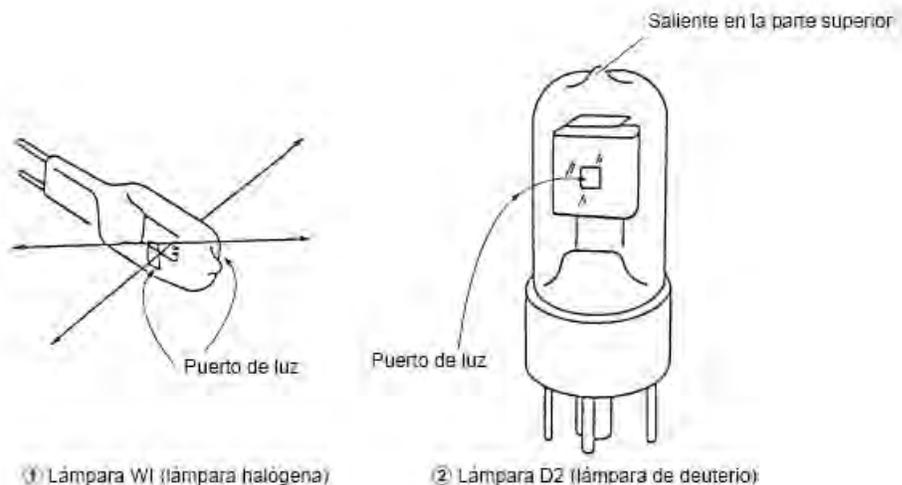


Fig. 1.8 Apariencias de la fuente de luz

 <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>
---	---------------------------	--

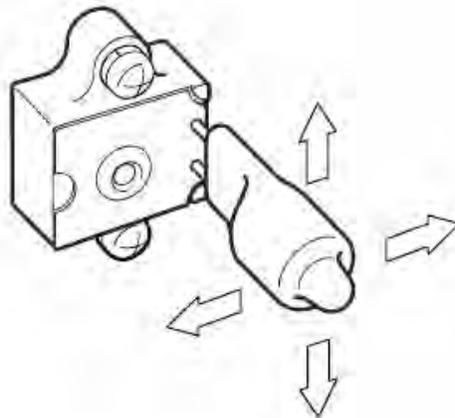
## 1.4.2 Procedimiento de cambio de la lámpara

### 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.



## ■ 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.

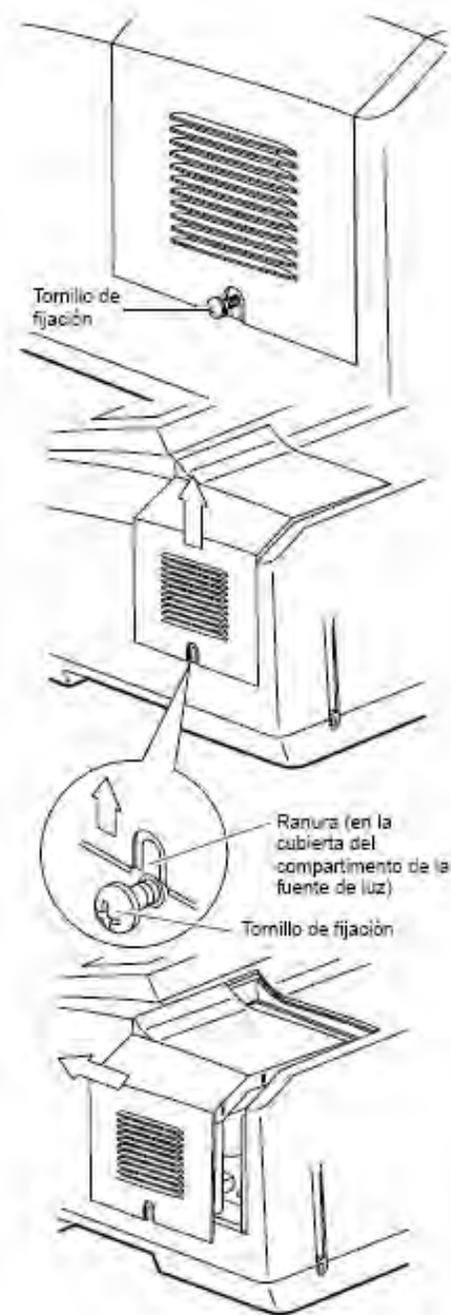
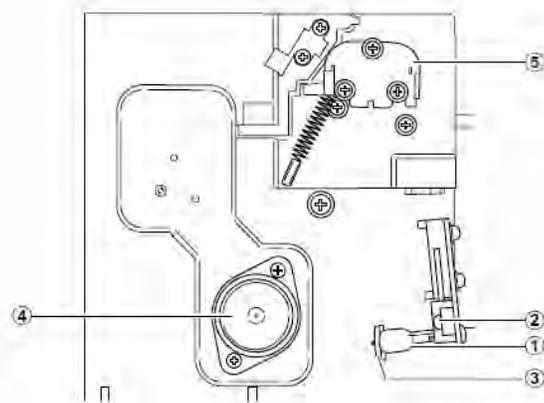


Fig. 1.9 Desmontaje de la cubierta de la fuente de luz



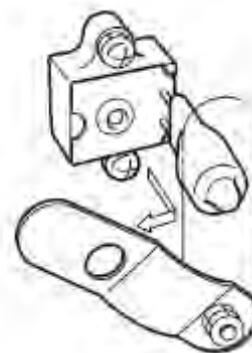
- ①. Lámpara WI
- ②. Enchufe de la lámpara WI
- ③. Muelle de sujeción de la lámpara WI
- ④. Lámpara D2
- ⑤. Mecanismo de cambio de la fuente de luz.

**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.

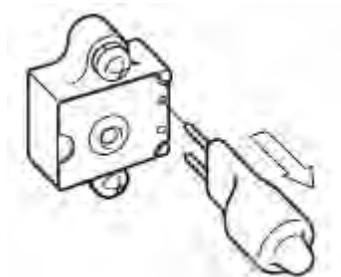


Fig. 1.12

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.

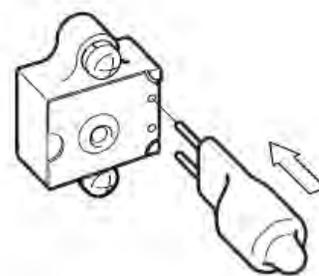


Fig. 1.13

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

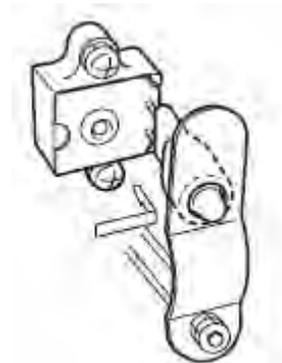


Fig. 1.14

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.



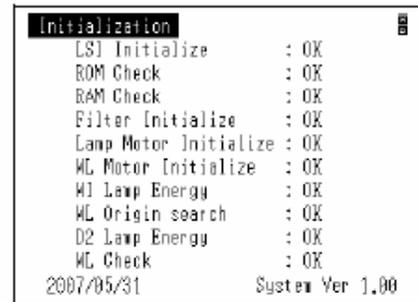
Fig. 1.15

 <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.

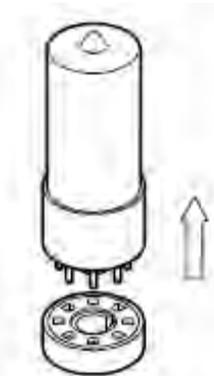


Fig. 1.17

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.

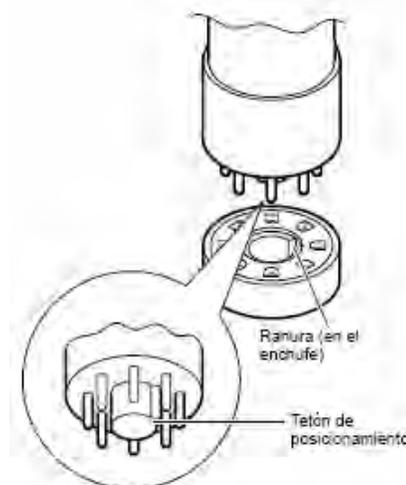


Fig. 1.18

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

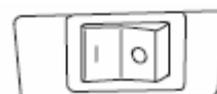


Fig. 3.19

	<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.

```

Initialization
LSI Initialize      : OK
ROM Check          : OK
RAM Check          : OK
Filter Initialize  : OK
Lamp Motor Initialize : OK
WL Motor Initialize : OK
W1 Lamp Energy    : OK
WL Origin search   : OK
D2 Lamp Energy    : OK
WL Check          : OK
2007/05/31        System Ver 1.00

```

**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.

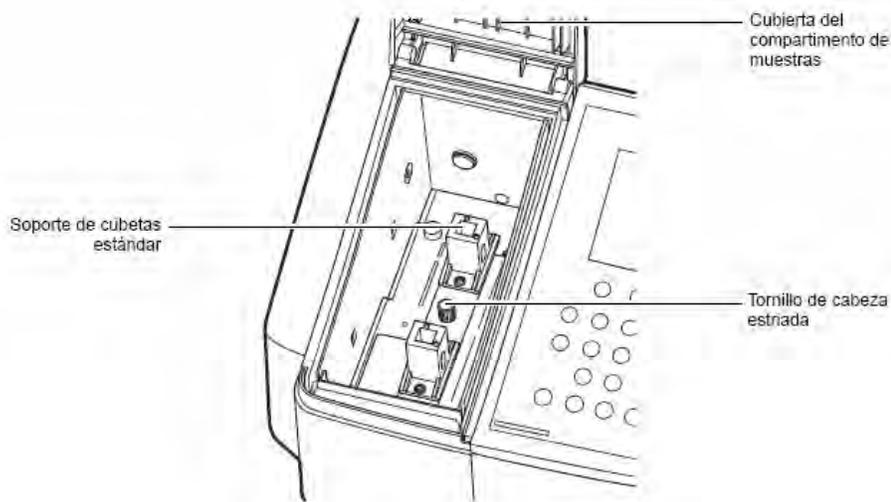
**NOTA**

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

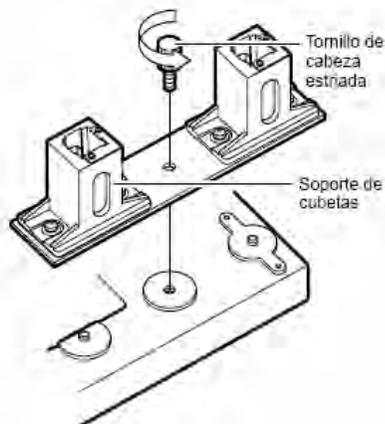
Para instalar algunos accesorios especiales, como el soporte de ultra-microcubetas (N/P 206-14334), es necesario cambiar el soporte de cubetas estándar del compartimento de muestras. En tal caso, desmonte/instale el soporte de cubetas siguiendo el procedimiento que se expone a continuación:



**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**

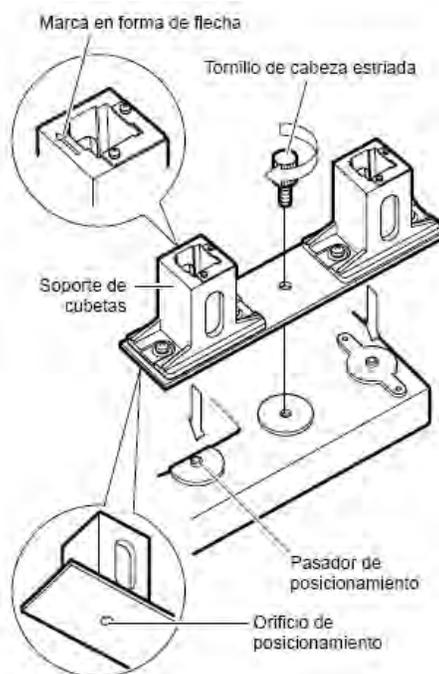
## 2.1.2 Instalación del soporte de cubetas

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.

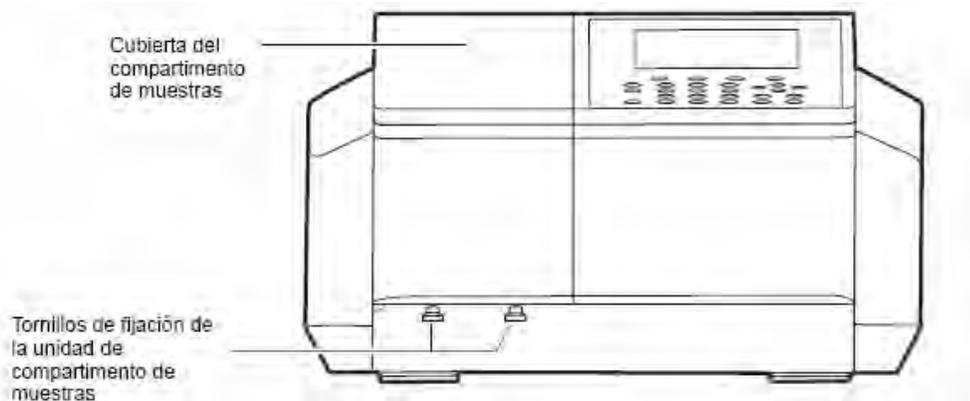
2. Fije el soporte de cubetas con el tornillo de cabeza estriada.



**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.

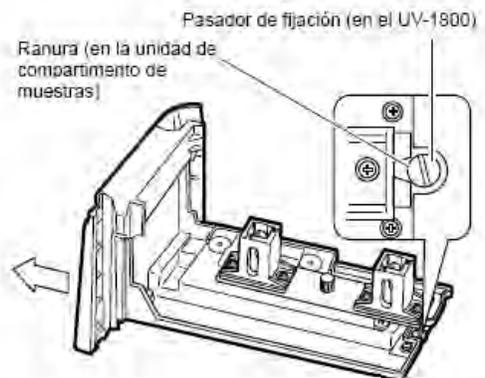


Fig 2. 5

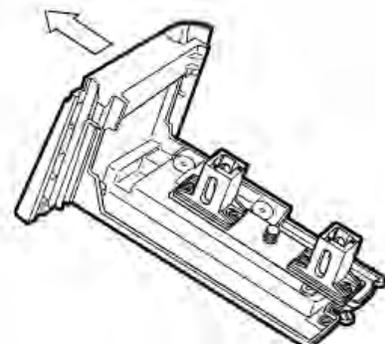


Fig 2. 6

### 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.

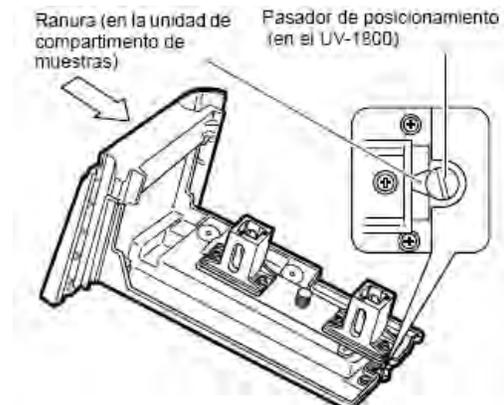


Fig.2.7

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

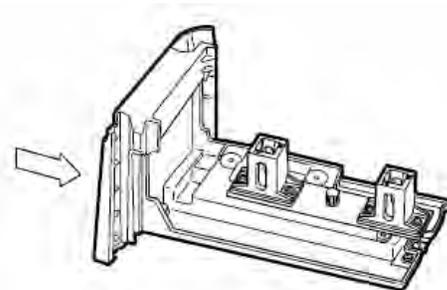


Fig.2.8

- 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.

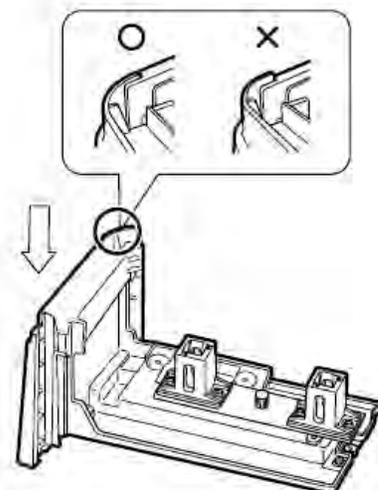


Fig.2.9

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.

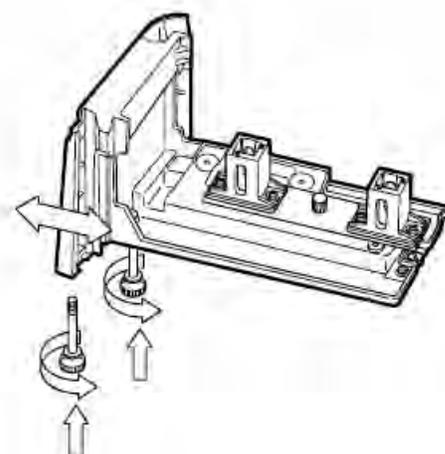


Fig.2.10

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.

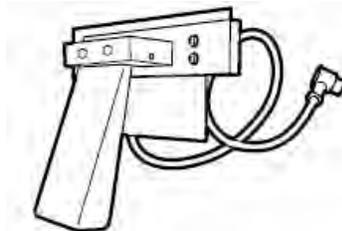


Fig. 2.11 Placa frontal para succionador con jeringa (unidad de cambio)

### 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)

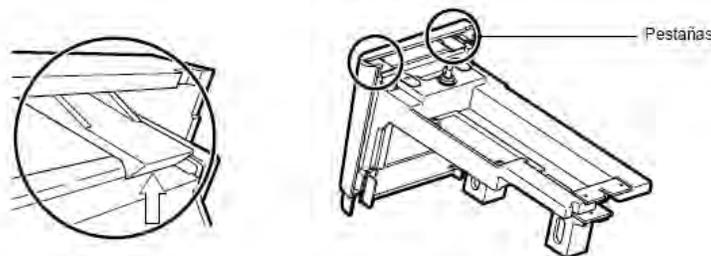


Fig. 2.12 Pestañas de la cubierta frontal del compartimento de muestras

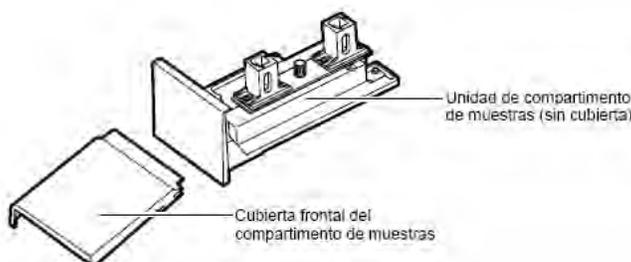
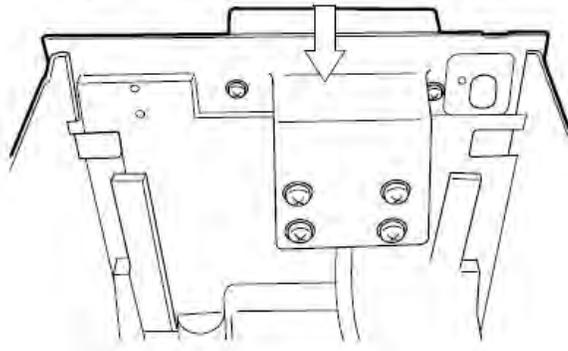


Fig. 2.13 Compartimento de muestras

 <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**

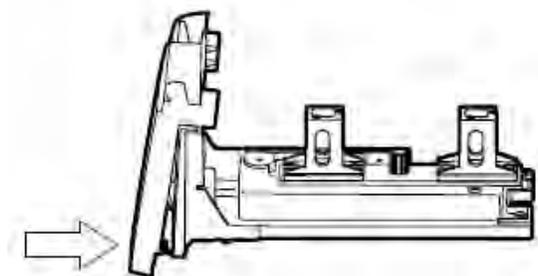
 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h1>SHIMADZU UV-1800</h1>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 30/01/2012  <b>Página</b> : 22 de 22  <b>Aprobado</b> : OP</p>
---	---------------------------	---

- 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.

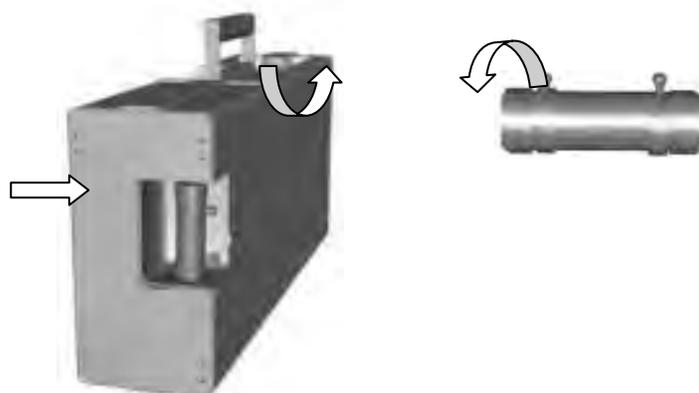


Figura 1.1 Apariencia del equipo

- 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  $150^{\circ}C$  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  $110^{\circ}C$  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  $4^{\circ}C$  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>	<p><b>PROCEDIMIENTO</b></p> <p>Determinación de Nitrógeno Total</p>	<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 NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

### 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:* Llévase 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>
---	--	--

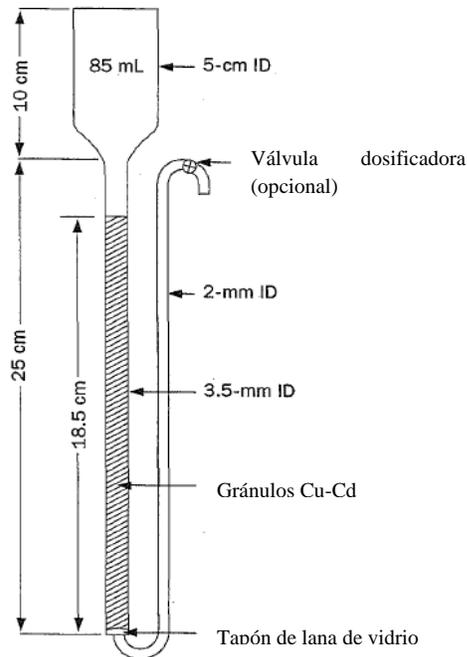


Figura 4500- NO<sub>3</sub>: 1. Columna de reducción

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-Cl.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 consumiría 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>
---	--	---

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

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

*Spectrofotómetro 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

	<b>ANÁLISIS DE NH<sub>3</sub> CON EL MÉTODO FENATO</b>  <b>SM 4500-NH<sub>3</sub> F</b>	<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
--	---	--

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

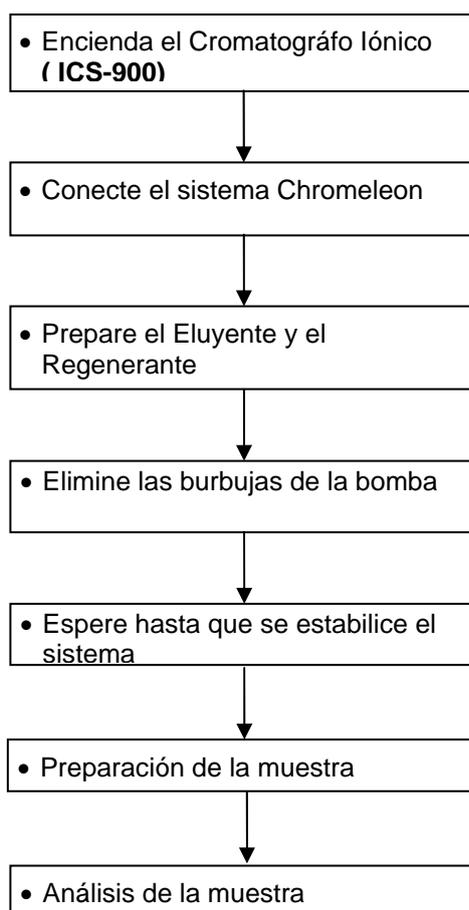


Figura 1 Diagrama de flujo sobre la operación

#### 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

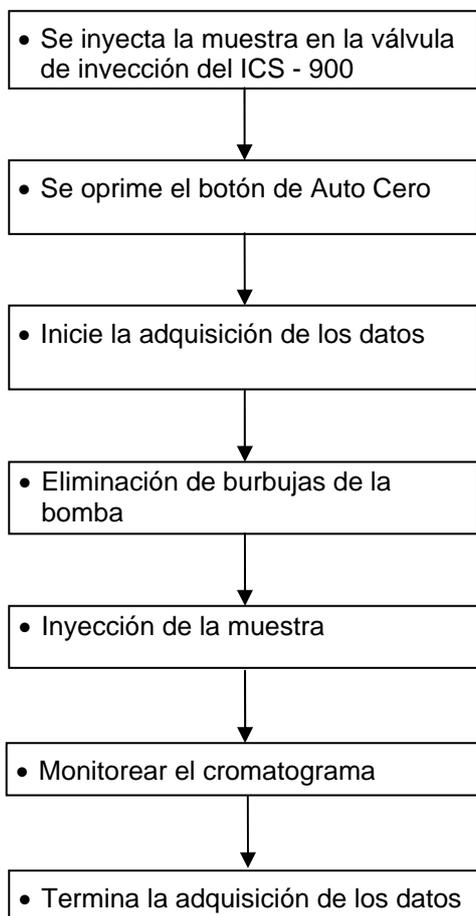


Figura 2 Paso de análisis

- 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



**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** : 5 de 5  
**Aprobado** : YE

## 5. Registros asociados

Formulario para reportar resultados.  
Formulario

## 6. 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 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.**

$$\text{mg P/L} = \frac{\text{mg P (en volumen final de aproximadamente 50 mL)} * 1000}{\text{mL sample}}$$

**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

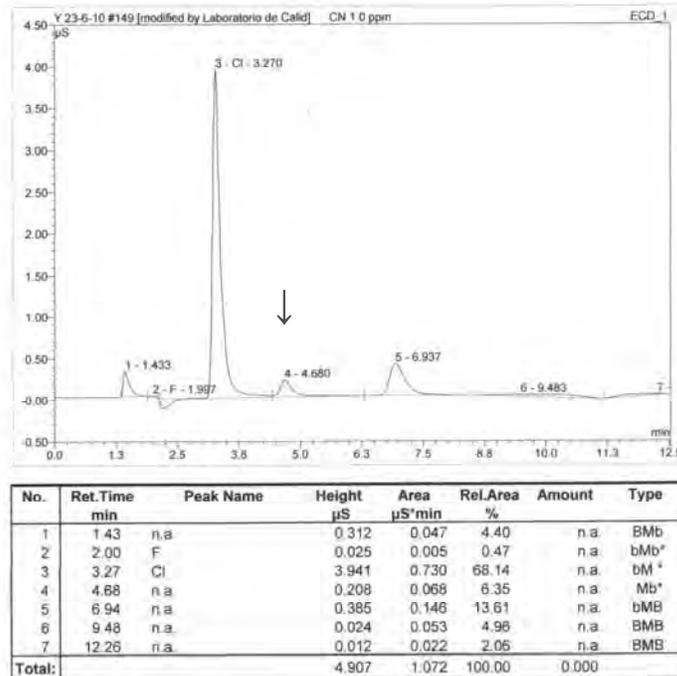


Figura 1. La reacción de CN (1 ppm) con hipoclorito de sodio

#### 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>	<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> : 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>	<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> : 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 transfíeralas 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:

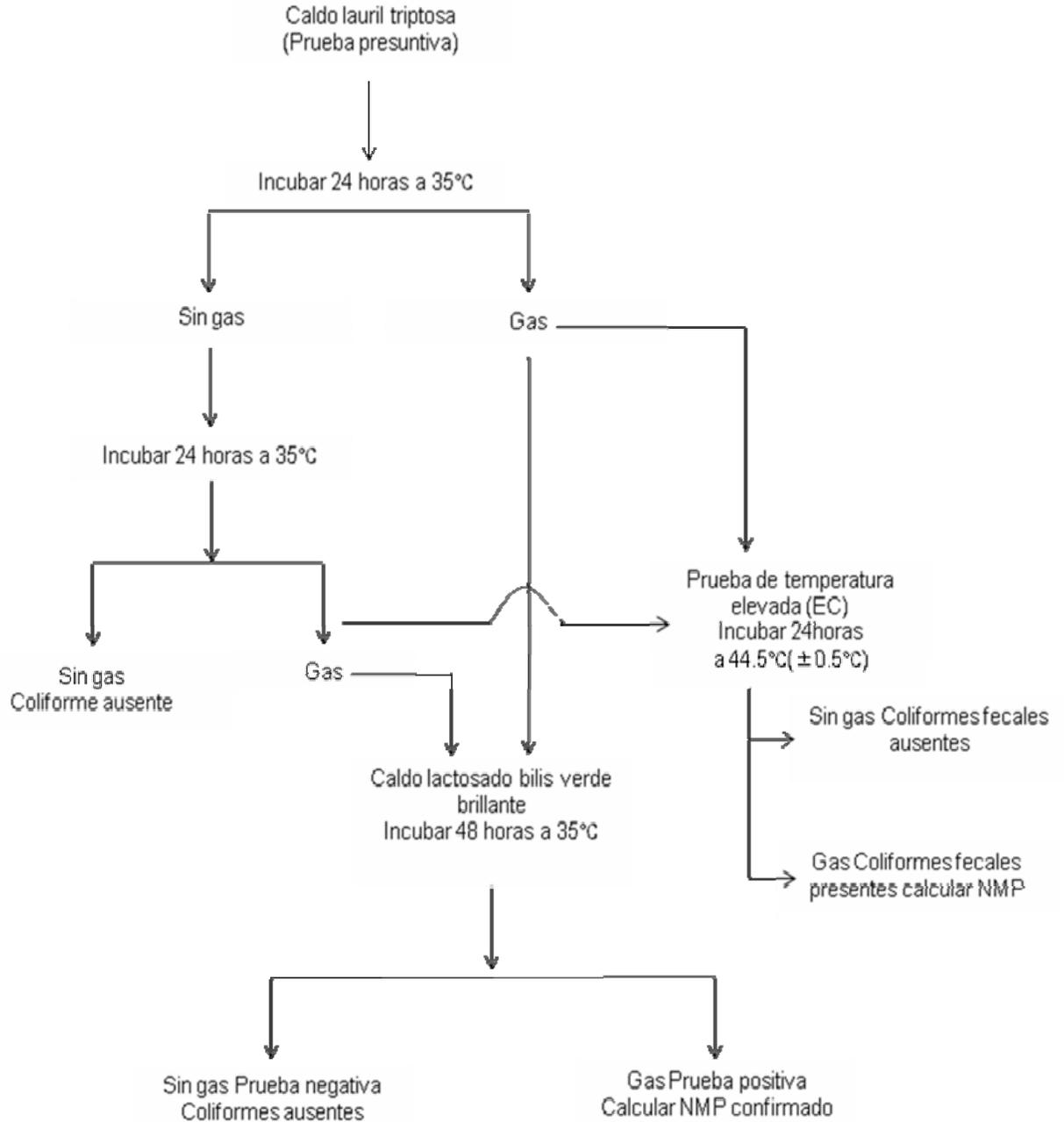
$$\text{NMP}/100 \text{ mL} = (\text{NMP de la tabla}/100 \text{ mL}) \times 10/V$$

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



Fuente: Tomado de <http://www.cepis.ops-oms.org/bvsacd/scan/004691/004691-06.pdf>

 <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 enérgicamente 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.



**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** : 6 de 6  
**Aprobado** : LB

### 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  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , 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  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , 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  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . 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  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  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).

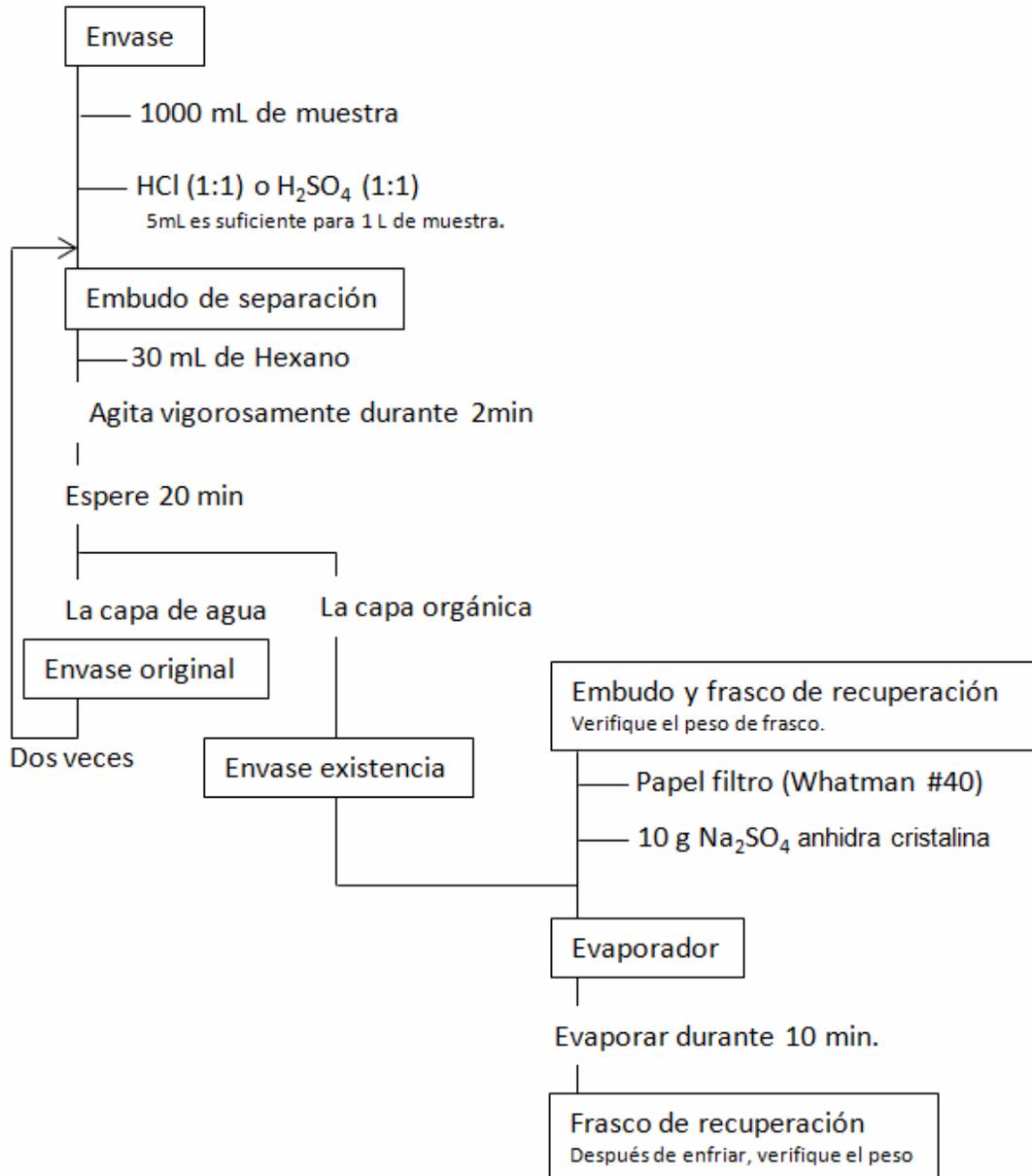


**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

## 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>	<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> : 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.*

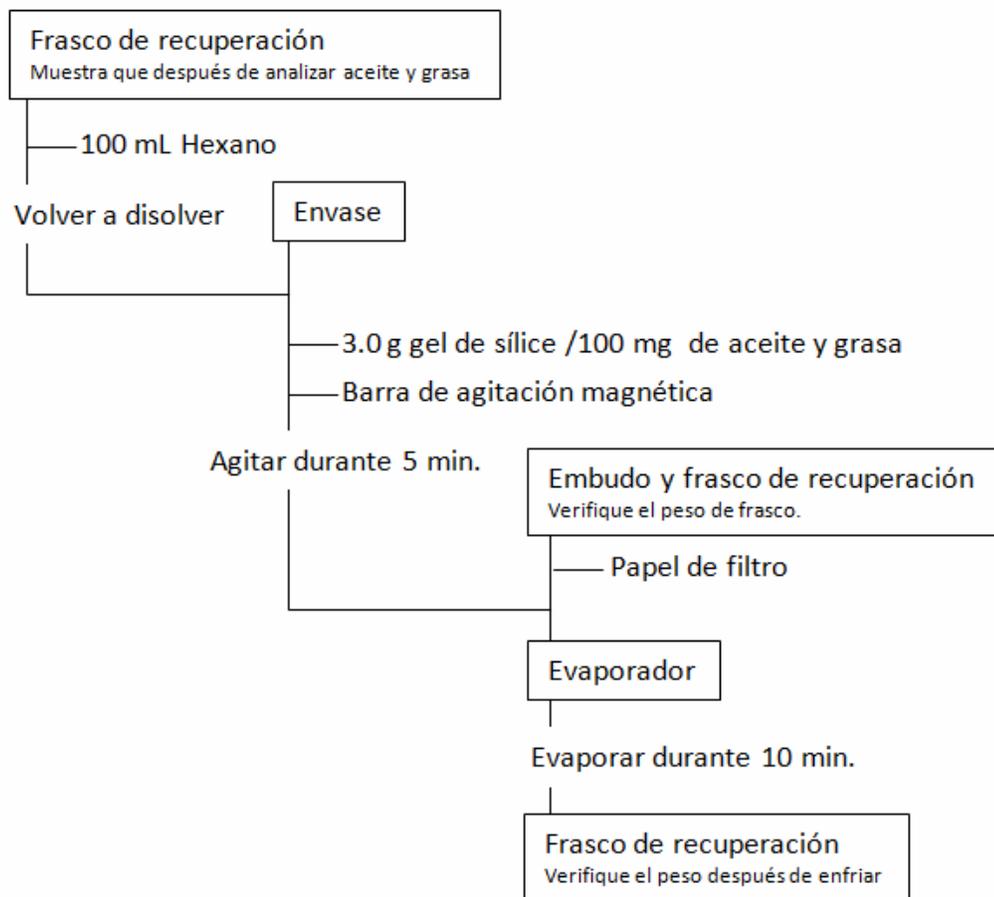
## 4. Procedimiento

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 infrarojo.

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.

 <p><b>anam</b> Laboratorio de Calidad Ambiental</p>	<h2>ANÁLISIS DE Cr MÉTODO COLORIMÉTRICO</h2>	<p><b>Código</b> : P-xxx  <b>Revisión</b> : 2  <b>Vigencia</b> : 03/02/2012  <b>Página</b> : 1 de 4  <b>Aprobado</b> : OP</p>
--	--	---

## 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  $\mu\text{g}$  Cr. Prepare los estándares de calibración para el momento de realizar los análisis.

**c. Ácido Nítrico**,  $\text{HNO}_3$ , conc.

**d. Ácido Sulfúrico**,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , conc, 18N, y 6N.

**e. Ácido Sulfúrico**,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 0.2N: Diluya 17 mL 6N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  hasta 500 mL con agua.

**f. Ácido fosfórico**,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 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 (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) dentro de un rango de 2.00 a 20.0 mL, para dar estándares de 10 a 100  $\mu\text{g}$  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)  $\text{H}_2\text{PO}_4$ . Utilice 0.2N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y un medidor de pH para ajustar la solución a un pH  $2.0 \pm 0.5$ . 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 establezca 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.



**anam**  
Laboratorio de  
Calidad Ambiental

# MERCURIO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA CON VAPOR- FRÍO

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

## 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

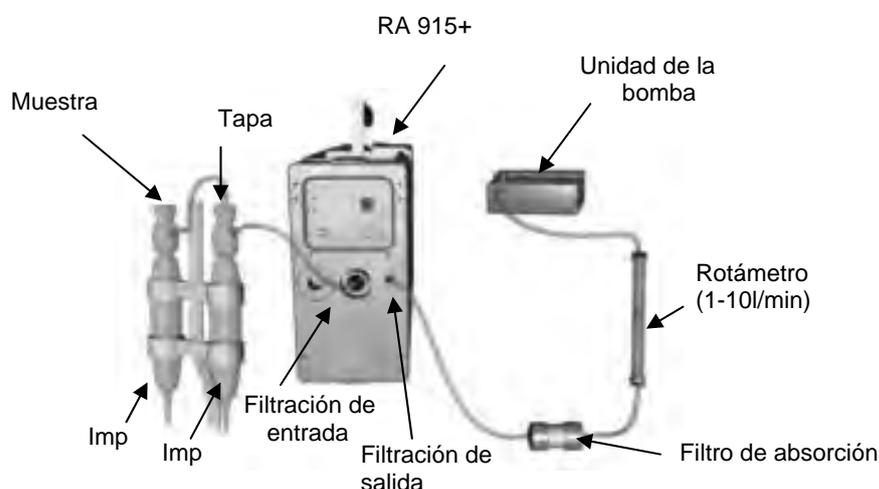


Figura 2.1 Apariencia del equipo

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.



添付資料 3.2 水質モニタリング計画



## **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	ESPIÑO 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	Vilgirie Samaniego	Macaraca	Llano de piedra	6.00	0549961	0851575	350	
P-7	Hacienda Paja Verde2	Vilgirie Samaniego	Macaraca	Llano de piedra		0549970	0851796	700	
P-8	Hacienda Paja Verde3	Vilgirie 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 Martinez	Luis Martinez	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

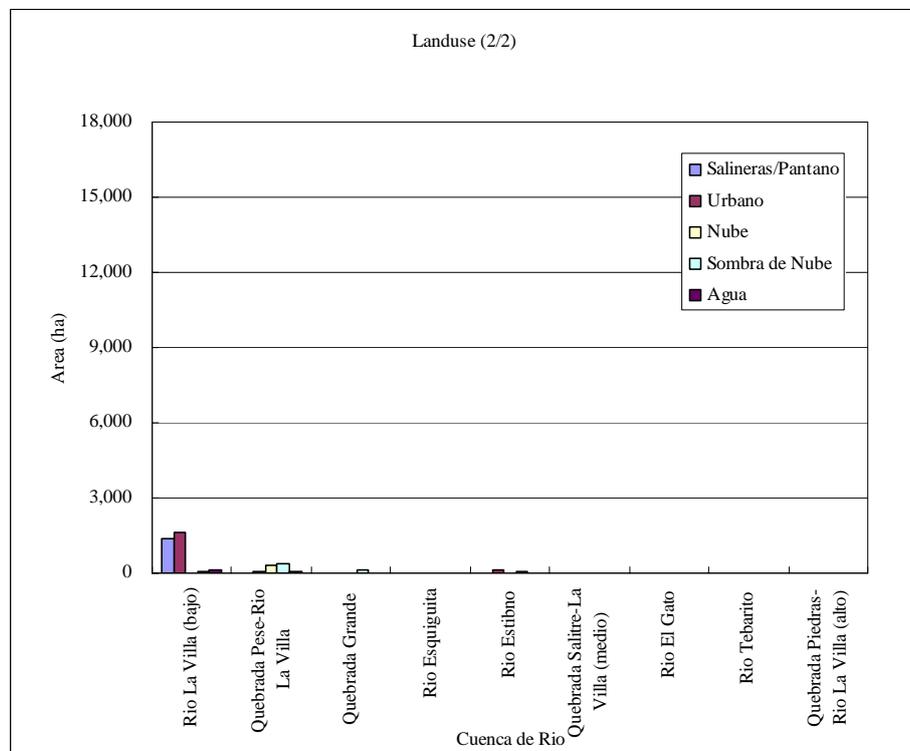
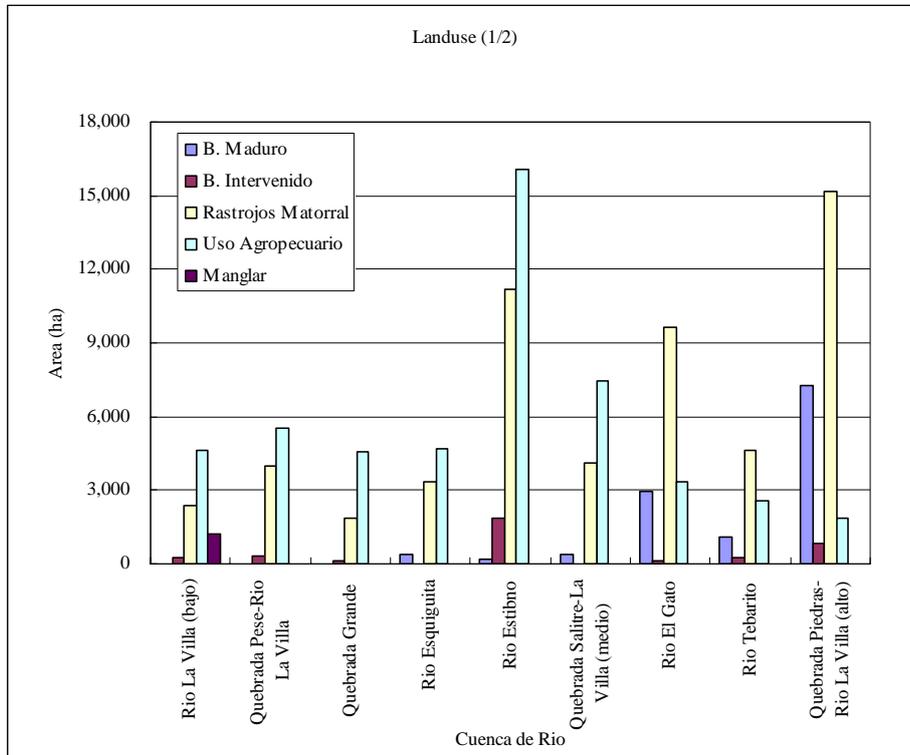
Tabla 1.2.5 Mataderos

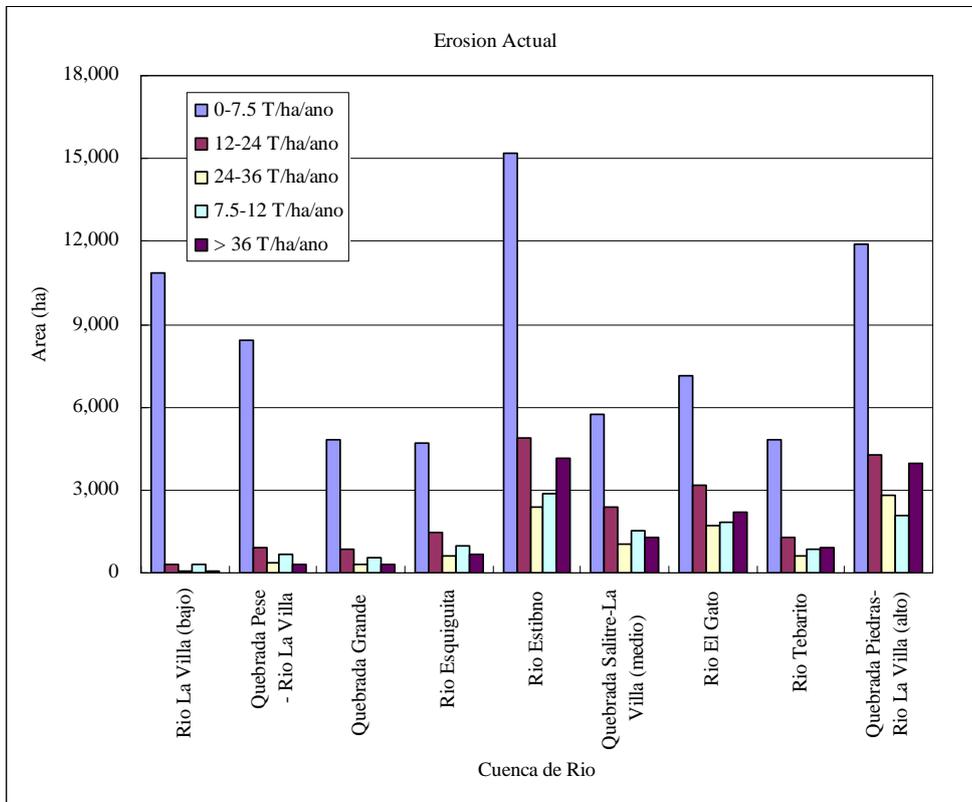
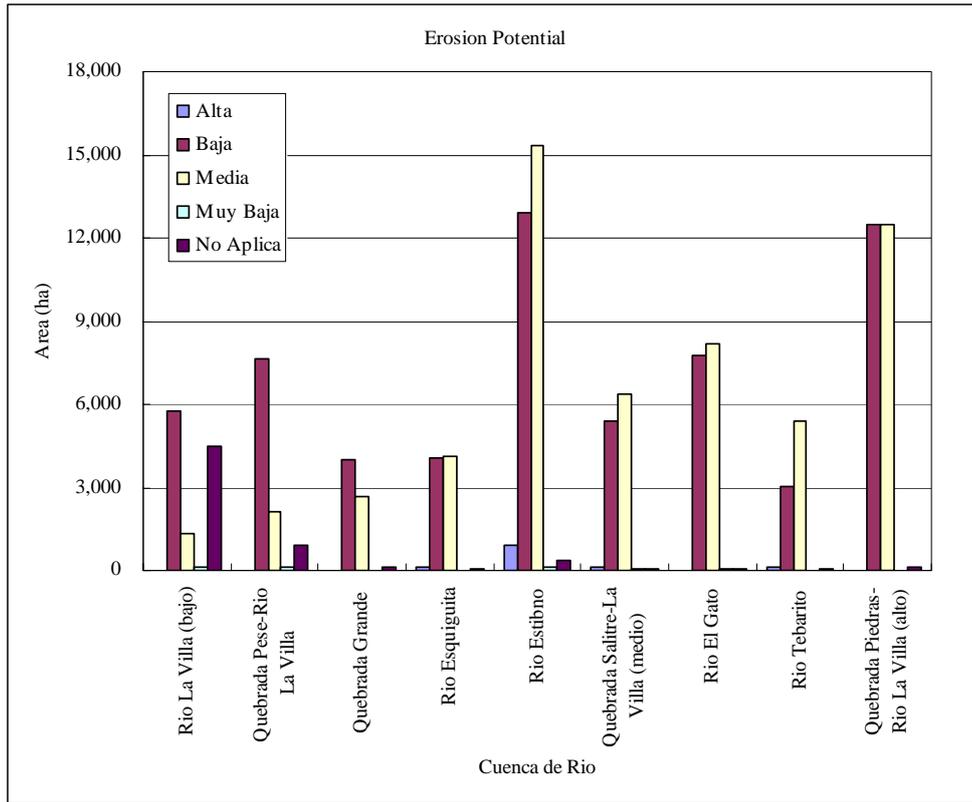
No	NOMBRE	ACTIVIDAD	DISTRITO	CORREGIMIENTO	POBLADO	COORDENADAS UTM	
M-1	Municipio de Las Minas	Matadero	Las Minas	Cabecera	Las Minas	N0528854	W0861388
M-2	Municipio de Los Pozos	Matadero	Los Pozos	Cabecera	Los Pozos	N0538408	W0861249
M-3	Municipio de Pesé	Matadero	Pesé	Cabecera	Pesé	N0541868	W0874513
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.





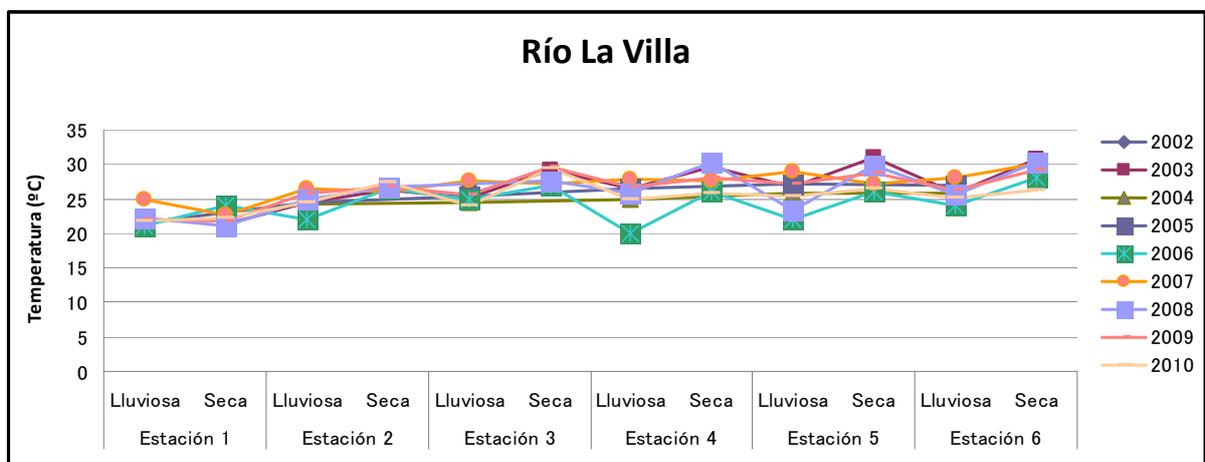
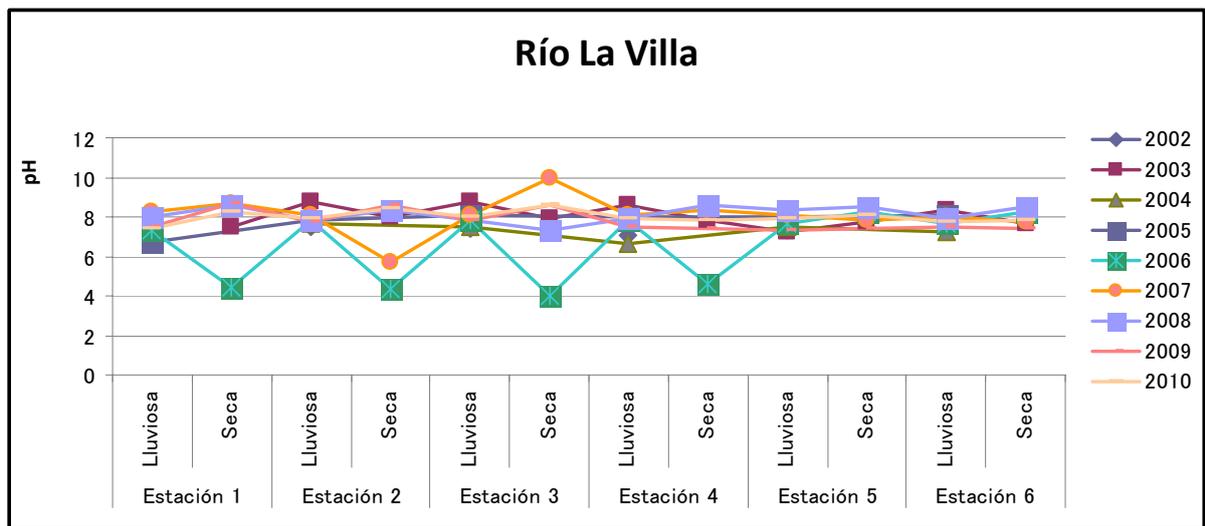
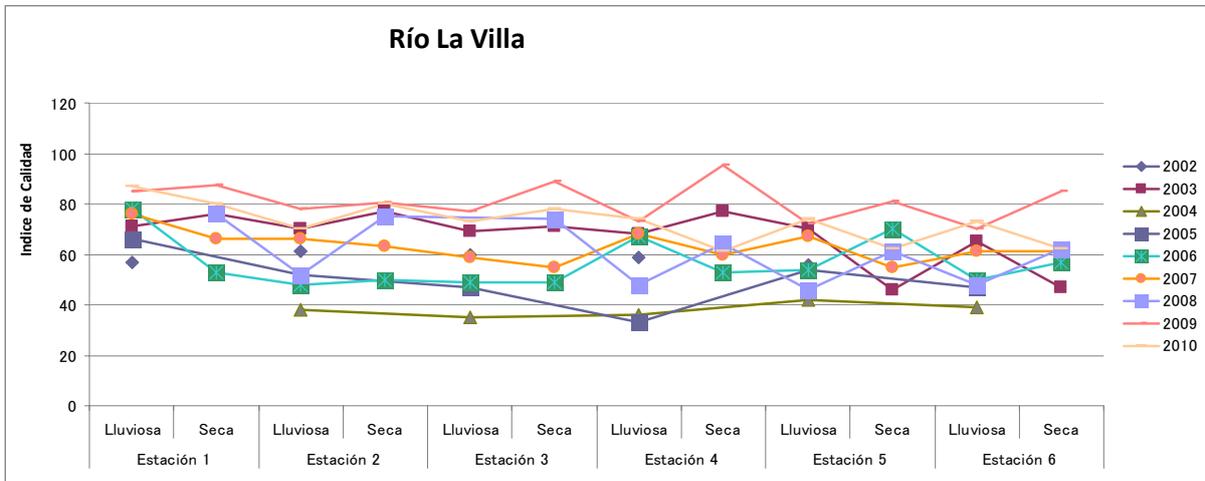
2. Monitoreo de la calidad del agua

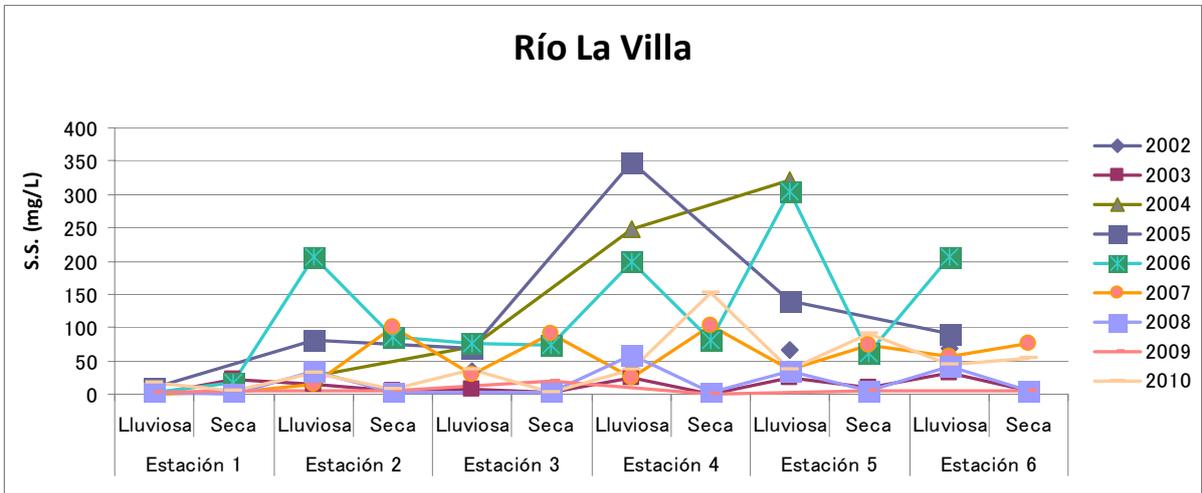
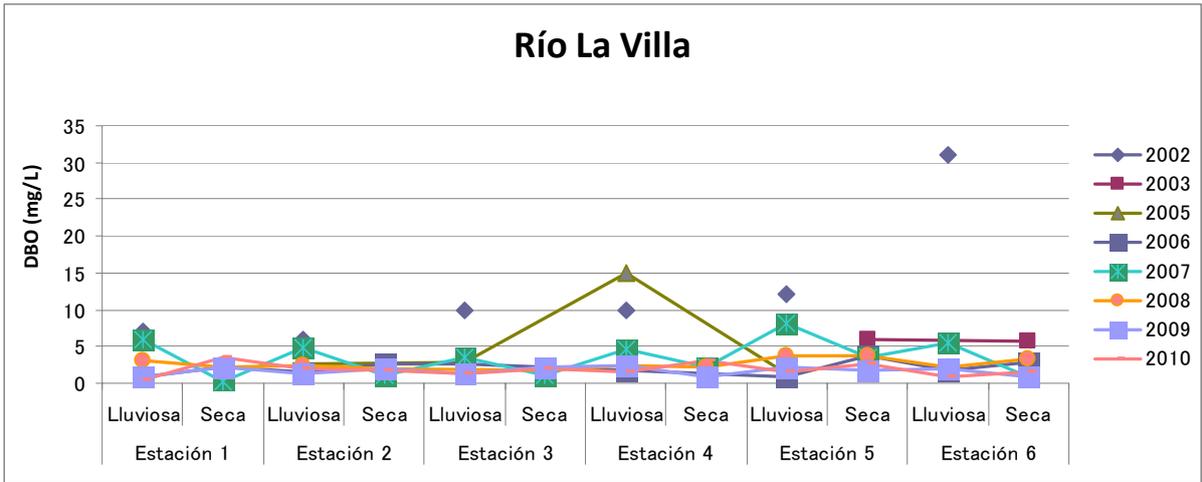
2-1. Muestreo: Ubicación, Frecuencia, Parámetros

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

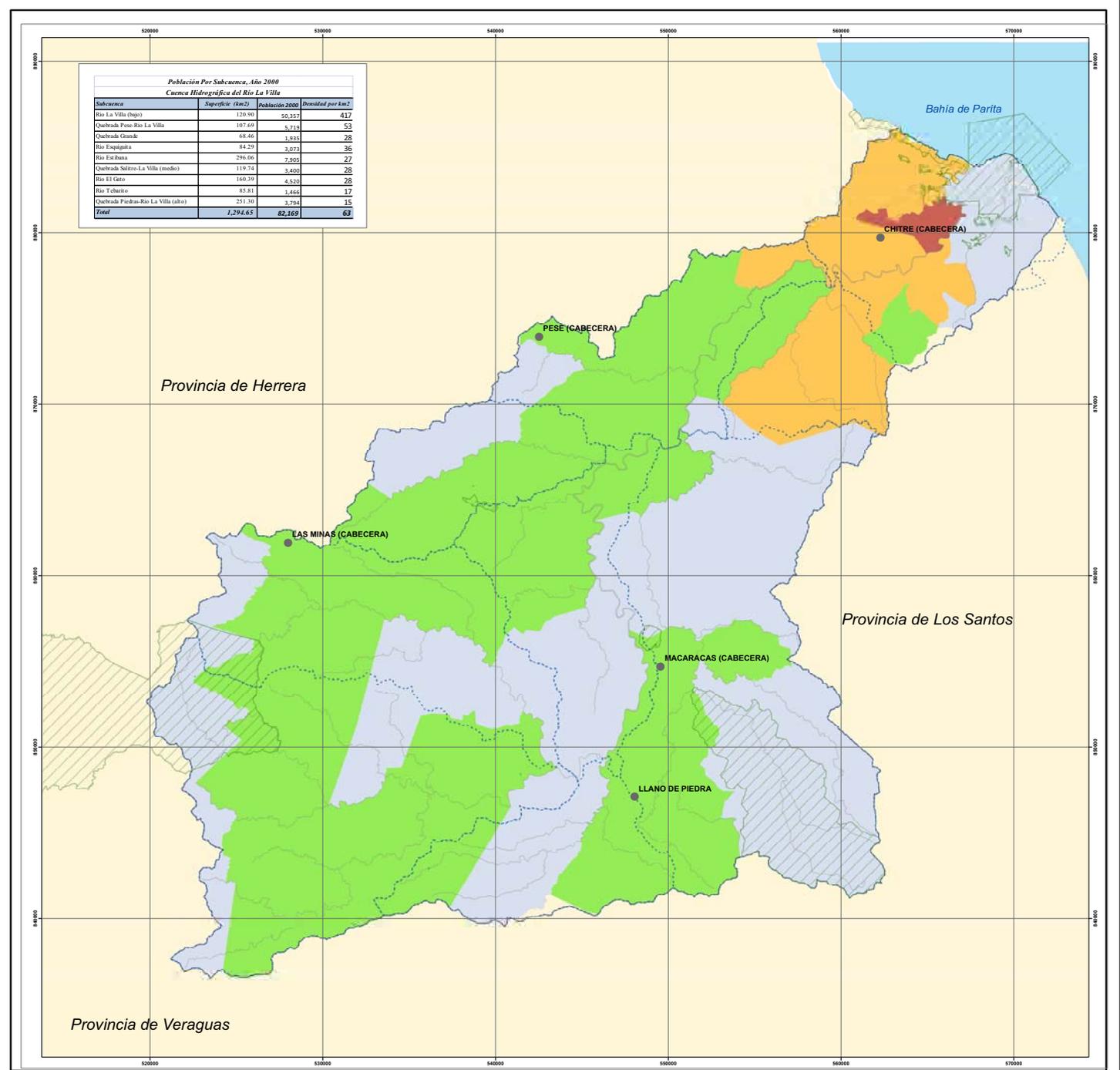
Si se confirman las actividades minera, realizará los siguientes monitoreo.

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.

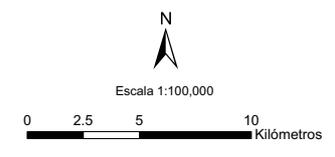
Población Por Subcuenca, Año 2000			
Cuenca Hidrográfica del Río La Villa			
Subcuenca	Superficie (km <sup>2</sup> )	Población 2000	Densidad por km <sup>2</sup>
Río La Villa (bajo)	120.90	50,357	417
Quebrada Peñe-Río La Villa	107.65	5,749	53
Quebrada Grande	48.40	1,035	28
Río Esquivel	54.25	3,075	36
Río Estibana	296.06	7,005	27
Quebrada Salitre-La Villa (medio)	119.74	3,400	28
Río El Gato	160.59	4,505	28
Río Techarco	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**

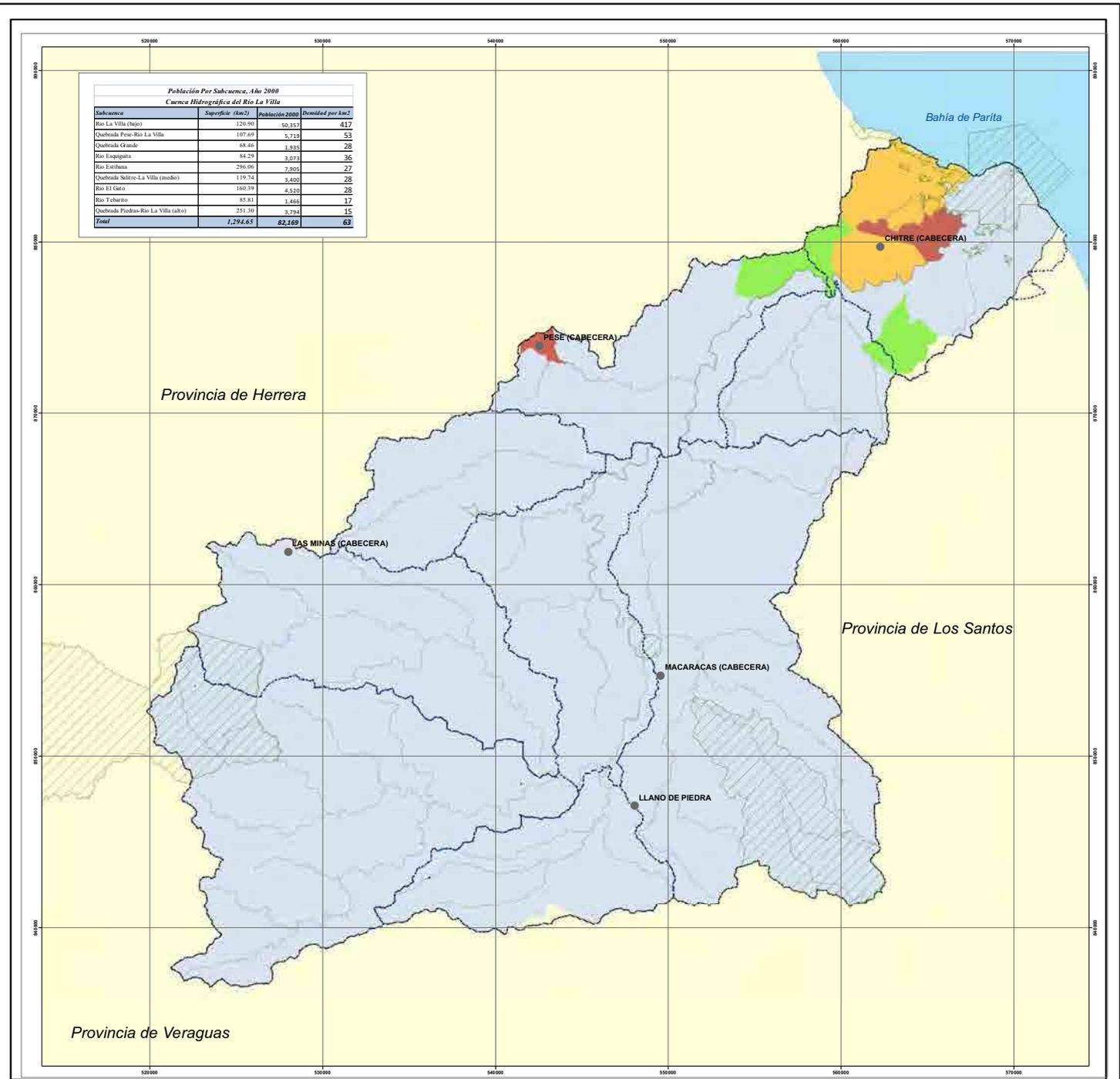
- |                                   |                      |
|-----------------------------------|----------------------|
| <b>Población de Corregimiento</b> | <b>Simbología</b>    |
| 1- 1000                           | Poblados principales |
| 1001 - 5000                       | Ríos                 |
| 5001 - 10000                      | Áreas protegidas     |
| 10001 - 20000                     | Límite de subcuencas |
|                                   | Límite de la Cuenca  |
|                                   | Provincias           |



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

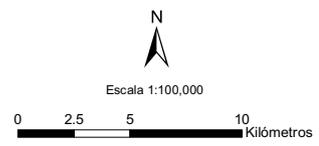
Población Por Subcuenca, Año 2000			
Cuenca Hidrográfica del Río La Villa			
Subcuenca	Superficie (km <sup>2</sup> )	Población 2000	Densidad por km <sup>2</sup>
Río La Villa (bajo)	120.90	50,357	417
Quebrada Pece-Río La Villa	107.65	5,719	53
Quebrada Grande	48.46	1,035	28
Río Esquivel	84.25	3,075	36
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  |

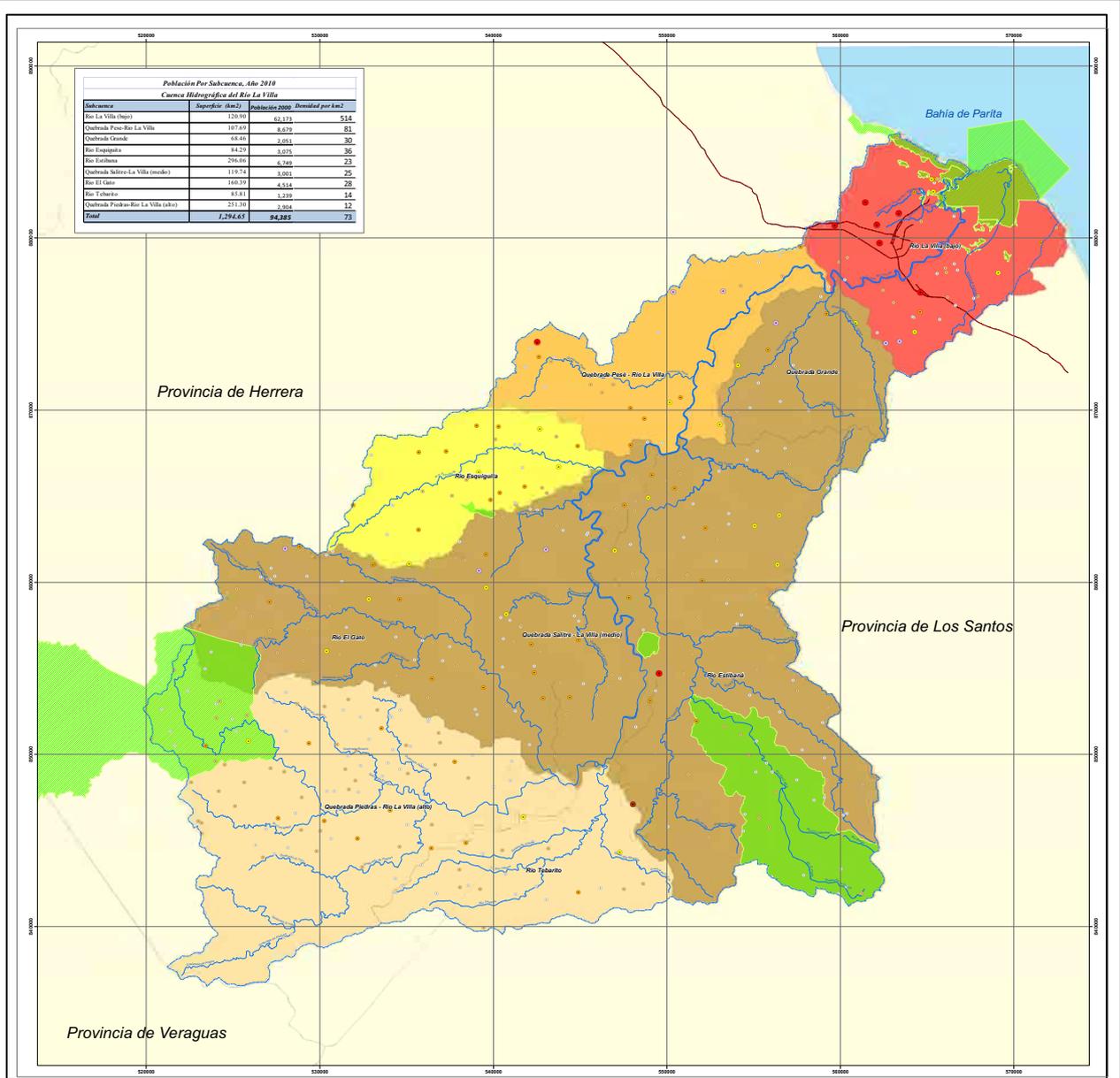


Proyección Universal Transversal de Mercator  
 Zona 17  
 Datum Norteamericano de 1927  
 Esferoide de Clarke 1866



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	62,373	514
Quebrada Paso-Río La Villa	187.69	8,629	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	2,805	12
<b>Total</b>	<b>1,294.65</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



Escala 1:100,000



GOBIERNO NACIONAL

autoridad nacional del ambiente

Proyección Universal Transversal de Mercator

Zona 17

Datum Nortamericano de 1927

Escala de Datum 1985

**Localización Nacional**



Fuente de los Datos:  
 Bases Base: ANAM, Contraloría de la República  
 Densidad Poblacional: A partir de datos de Censo Poblacional del año 2010  
 Febrero 2012

520000 530000 540000 550000 560000 570000

**Focos de contaminación Cuenca del Río La Villa**

**Porquerizas** ★

No.	Nombre	Actividad	Comuna	Comandante	Superficie (m <sup>2</sup> )	Distancia (m)	Fecha
P-1	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-2	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-3	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-4	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-5	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-6	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-7	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-8	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-9	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-10	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-11	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-12	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-13	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-14	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-15	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-16	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-17	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-18	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-19	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...
P-20	Porquerizas	Industria	La Villa	...	...	...	...

**Empresas** ■

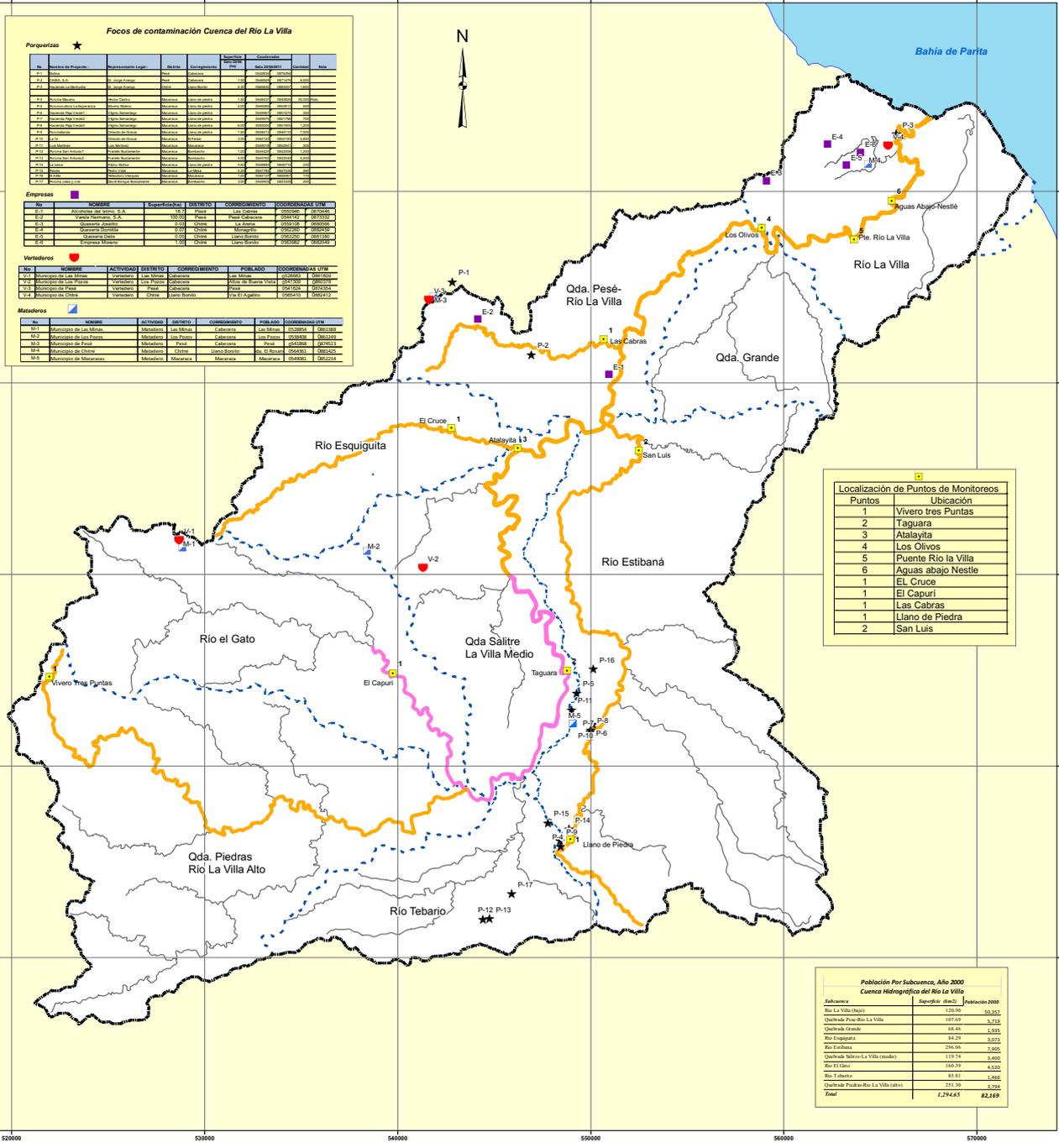
No.	Nombre	Superficie (m <sup>2</sup> )	Comuna	Comandante	Coordenadas UTM
E-1	Empresas	...	...	...	...
E-2	Empresas	...	...	...	...
E-3	Empresas	...	...	...	...
E-4	Empresas	...	...	...	...
E-5	Empresas	...	...	...	...
E-6	Empresas	...	...	...	...
E-7	Empresas	...	...	...	...
E-8	Empresas	...	...	...	...
E-9	Empresas	...	...	...	...
E-10	Empresas	...	...	...	...
E-11	Empresas	...	...	...	...
E-12	Empresas	...	...	...	...
E-13	Empresas	...	...	...	...
E-14	Empresas	...	...	...	...
E-15	Empresas	...	...	...	...
E-16	Empresas	...	...	...	...
E-17	Empresas	...	...	...	...
E-18	Empresas	...	...	...	...
E-19	Empresas	...	...	...	...
E-20	Empresas	...	...	...	...

**Vertederos** ♥

No.	Nombre	Actividad	Comuna	Comandante	Coordenadas UTM
V-1	Vertederos	...	...	...	...
V-2	Vertederos	...	...	...	...
V-3	Vertederos	...	...	...	...
V-4	Vertederos	...	...	...	...
V-5	Vertederos	...	...	...	...
V-6	Vertederos	...	...	...	...
V-7	Vertederos	...	...	...	...
V-8	Vertederos	...	...	...	...
V-9	Vertederos	...	...	...	...
V-10	Vertederos	...	...	...	...
V-11	Vertederos	...	...	...	...
V-12	Vertederos	...	...	...	...
V-13	Vertederos	...	...	...	...
V-14	Vertederos	...	...	...	...
V-15	Vertederos	...	...	...	...
V-16	Vertederos	...	...	...	...
V-17	Vertederos	...	...	...	...
V-18	Vertederos	...	...	...	...
V-19	Vertederos	...	...	...	...
V-20	Vertederos	...	...	...	...

**Mataderos** ■

No.	Nombre	Actividad	Comuna	Comandante	Coordenadas UTM
M-1	Mataderos	...	...	...	...
M-2	Mataderos	...	...	...	...
M-3	Mataderos	...	...	...	...
M-4	Mataderos	...	...	...	...
M-5	Mataderos	...	...	...	...
M-6	Mataderos	...	...	...	...
M-7	Mataderos	...	...	...	...
M-8	Mataderos	...	...	...	...
M-9	Mataderos	...	...	...	...
M-10	Mataderos	...	...	...	...
M-11	Mataderos	...	...	...	...
M-12	Mataderos	...	...	...	...
M-13	Mataderos	...	...	...	...
M-14	Mataderos	...	...	...	...
M-15	Mataderos	...	...	...	...
M-16	Mataderos	...	...	...	...
M-17	Mataderos	...	...	...	...
M-18	Mataderos	...	...	...	...
M-19	Mataderos	...	...	...	...
M-20	Mataderos	...	...	...	...



**Localización de Puntos de Monitoreo**

Puntos	Ubicación
1	Vivero tres Puntas
2	Taguara
3	Atalayita
4	Los Olivos
5	Puente Río La Villa
6	Aguas abajo Nestlé
1	EL Cruce
1	El Capurí
1	Las Cabras
1	Llano de Piedra
2	San Luis

**Población Por Subcuenca, Año 2000**  
Cuenca Hidrográfica del Río La Villa

Subcuenca	Superficie (km <sup>2</sup> )	Población 2000
Río La Villa (Total)	129,00	82,557
Oueda Piedras Río La Villa	107,00	5,252
Oueda Grande	68,45	3,025
Río Esquiguíta	84,20	3,073
Río Estibán	206,00	2,902
Oueda Salitre La Villa (medio)	119,74	2,902
Río El Gato	100,00	4,520
Río Tebario	82,81	1,082
Oueda Piedras Río La Villa (alto)	214,50	3,748
<b>Total</b>	<b>1,294,65</b>	<b>82,169</b>

**Legenda**

**Focos de Contaminación Cuenca Río La Villa**

- Puntos de Monitoreo
- Empresas
- ♥ Vertederos
- ★ Porquerizas
- Mataderos

**Calidad de Agua: General**

- Bueno
- Media

— Limite de la cuenca  
- - - Limite 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



Elaborado por: [Name]  
Fecha: [Date]  
Escala: [Scale]  
Mapa de Chile: [Map Name]

520000 530000 540000 550000 560000 570000



添付資料 3.3 PDM (version 1)



## PDM (Project Design Matrix)

プロジェクト名： 水質モニタリング技術計画 フェーズIIプロジェクト  
 対象地域： パナマ共和国パナマ市首都圏 期間：4年間  
 ターゲットグループ： ANAM 環境質ラボ関係者、ANAM 全体、パナマ国民

Ver. 1  
 作成日：2008年8月19日

プロジェクトの要約	指 標	入手手段	外部条件
<p style="text-align: center;"><b>上位目標</b></p> <p>パナマ国における水質(表流水、排水)基準の達成度管理能力が強化される。</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. ANAM 環境質ラボ職員が水質サンプリングを適切に実施するための能力を有する。</li> <li>2. ANAM 環境質ラボ職員が水質分析を適切に実施するための能力を有する。</li> <li>3. ANAM 環境質ラボによるモニタリング地域が拡大する。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. ANAM 年次報告書</li> <li>2. ANAM 年次報告書</li> <li>3. 水質モニタリング報告書</li> </ol>	
<p style="text-align: center;"><b>プロジェクト目標</b></p> <p>ANAM 環境質ラボが QA/QC システムの導入により、ANAM の環境管理に資するような信頼性のある情報を提供できる。</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 少なくとも 20 のパラメーターの標準作業手順書(SOP)が確立される。</li> <li>2. 20 パラメーター用に確立された QA/QC 手法に基づく水質関連データ提供能力が強化される。</li> <li>3. 科学的知見に基づいてモニタリングデータを取りまとめた4つの水質関連報告書が発行される。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. SOPs</li> <li>2. QA/QC マニュアル、分析報告書</li> <li>3. 水質モニタリング報告書</li> </ol>	<p>パナマ政府が原則的に国の政策と環境行政を維持、さらに更新していくこと。</p>
<p style="text-align: center;"><b>成 果</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。</li> <li>2. ANAM 環境質ラボ内外の QA/QC 手法が改善される。</li> <li>3. ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 少なくとも 20 パラメーターの分析手法が確立される。</li> <li>2. 環境質ラボ職員が成果 2 に関連する活動により確立された SOP に沿って分析する技術を獲得する。</li> <li>3. 環境質ラボ職員が成果 2 に関連する活動により確立された SOP に沿ってサンプリング技術を獲得する。</li> <li>4. 確立された SOP に沿って XX の項目が毎年サンプリングされる。</li> <li>1. 環境質ラボ職員が校正(キャリブレーション)手法を習得する。</li> <li>2. 環境質ラボ職員が不確実性試算手法を習得する。</li> <li>3. 少なくとも 20 パラメーターの SOP が作成される。</li> <li>4. ISO/IEC 17025 基準に則り 20 パラメーターの QA/QC システムが構築される。</li> <li>5. 少なくとも 10 名の QA/QC 手法に沿った内部監査員がいる。</li> <li>1. 環境質ラボ職員が産業排水のモニタリング技術を獲得する。</li> <li>2. 環境質ラボ職員が水質関連情報の解釈能力を獲得する。</li> <li>3. 環境質ラボ職員が水環境における汚染物質の挙動に係る解析知識を習得する。</li> <li>4. 水質モニタリング計画(モデル流域を 1 箇所選定)が作成される。</li> <li>5. 環境質ラボ職員が水質基準の妥当性を評価する能力を獲得する。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1-1. 分析マニュアル、SOPs</li> <li>1-2. 専門家レポート</li> <li>1-3. 専門家レポート</li> <li>1-4. 水質モニタリング報告</li> <li>2.1. 専門家レポート</li> <li>2.2. 専門家レポート</li> <li>2.3. SOPs, QA/QC Manual</li> <li>2.4. QA/QC Manual, ISO/IEC 17025 評価書</li> <li>2.5. 専門家レポート</li> <li>3.1. 専門家レポート</li> <li>3.2. 専門家レポート</li> <li>3.3. 専門家レポート</li> <li>3.4. 水質モニタリング報告</li> <li>3.5. 専門家レポート</li> </ol>	<p>ANAM 環境質ラボの機能を持続させること、あるいは向上させていくこと。</p>



添付資料 3.4 PDM (version 2)



## PDM (Project Design Matrix)

プロジェクト名： 水質モニタリング技術計画 フェーズIIプロジェクト  
 対象地域： パナマ共和国全域 期間：4年間  
 ターゲットグループ： ANAM 環境質ラボ職員

Ver. 2  
 作成日：2010年10月15日

プロジェクトの要約	指 標	入手手段	外部条件
<b>上位目標</b> パナマ国における水質(表流水、排水)基準の達成度管理能力が強化される。	1. ANAM 環境質ラボ職員が水質サンプリングを適切に実施するための能力を有する。 2. ANAM 環境質ラボ職員が水質分析を適切に実施するための能力を有する。 3. ANAM 環境質ラボによるモニタリング地域が拡大する。	1. ANAM 年次報告書 2. ANAM 年次報告書 3. 水質モニタリング報告書	
<b>プロジェクト目標</b> ANAM 環境質ラボが QA/QC システムの導入により、ANAM の環境管理に資するような信頼性のある情報を提供できる。	1. 少なくとも 20 のパラメーターの標準作業手順書(SOP)が確立される。 2. 20 パラメーター用に確立された QA/QC 手法に基づく水質関連データ提供能力が強化される。 3. 科学的知見に基づいてモニタリングデータを取りまとめた4つの水質関連報告書が発行される。	1. SOPs 2. QA/QC マニュアル、分析報告書 3. 水質モニタリング報告書	パナマ政府が原則的に国の政策と環境行政を維持、さらに更新していくこと。
<b>成 果</b> 1. ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。 2. ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。 3. ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。	1-1 少なくとも 20 パラメーターの分析手法が確立される。 1-2 ANAM 環境質ラボ職員が成果 2 に関連する活動により確立された SOP に基づいて分析する技術を獲得する。 1-3 ANAM 環境質ラボ職員が成果 2 に関連する活動により確立された SOP に基づいてサンプリング技術を獲得する。 1-4 確立された SOP に基づいて XX の項目が毎年サンプリングされる。 2-1 ANAM 環境質ラボ職員が校正(キャリブレーション)手法を習得する。 2-2 ANAM 環境質ラボ職員が不確実性試算手法を習得する。 2-3 少なくとも 20 パラメーターの SOP が作成される。 2-4 20 パラメーターの SOPs と技術記録の管理が ISO 17025 に基づき実施される。 2-5 DIPROCA から、少なくとも 10 名が内部監査員となり、QA/QC 手法に基づいて内部監査を実施する。 3-1 ANAM 環境質ラボ職員が産業排水のモニタリング技術を獲得する。 3-2 ANAM 環境質ラボ職員が水質の解釈能力を獲得する。 3-3 ANAM 環境質ラボ職員が水環境における汚染物質の挙動に係る解析知識を習得する。 3-4 選定された 1 モデル流域での水質モニタリング計画が作成される。 3-5 ANAM 環境質ラボ職員が水質基準の妥当性を評価する能力を獲得する。	1-1. 分析マニュアル、SOPs 1-2. 専門家レポート 1-3. 専門家レポート 1-4. 水質モニタリング報告 2.1. 専門家レポート 2.2. 専門家レポート 2.3. SOPs, QA/QC Manual 2.4. 技術的記録、SOPs 2.5. 専門家レポート 3.1. 専門家レポート 3.2. 専門家レポート 3.3. 専門家レポート 3.4. 水質モニタリング報告 3.5. 専門家レポート	ANAM 環境質ラボの機能を持続させること、あるいは向上させていくこと。



添付資料 3.5 PDM (version 3)



PDM (Project Design Matrix)

プロジェクト名： 水質モニタリング技術計画 フェーズIIプロジェクト  
 対象地域： パナマ共和国全域 期間：4年間  
 ターゲットグループ： ANAM 環境質ラボ職員

Ver. 3  
 作成日：2012年2月3日

プロジェクトの要約	指 標	入手手段	外部条件
<p>上位目標</p> <p>パナマ国における水質(表流水、排水)基準の達成度管理能力が強化される。</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. ANAM 環境質ラボ職員が水質サンプリングを適切に実施するための能力を有する。</li> <li>2. ANAM 環境質ラボ職員が水質分析を適切に実施するための能力を有する。</li> <li>3. ANAM 環境質ラボによるモニタリング地域が拡大する。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. ANAM 年次報告書</li> <li>2. ANAM 年次報告書</li> <li>3. 水質モニタリング報告書</li> </ol>	
<p>プロジェクト目標</p> <p>ANAM 環境質ラボが QA/QC システムの導入により、ANAM の環境管理に資するような信頼性のある情報を提供できる。</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 少なくとも 20 のパラメーターの標準作業手順書(SOP)が確立される。</li> <li>2. 20パラメーター用に確立された QA/QC 手法に基づく水質関連データ提供能力が強化される。</li> <li>3. 科学的知見に基づいてモニタリングデータを取りまとめた4つの水質関連報告書が発行される。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. SOPs</li> <li>2. QA/QC マニュアル、分析報告書</li> <li>3. 水質モニタリング報告書</li> </ol>	<p>パナマ政府が原則的に国の政策と環境行政を維持、さらに更新していくこと。</p>
<p>成 果</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. ANAM 環境質ラボのサンプリング・分析技術能力が向上する。</li> <li>2. ANAM 環境質ラボの QA/QC 手法が改善される。</li> <li>3. ANAM 環境質ラボの環境モニタリングに基づく科学的知見を提供する能力が強化される。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1-1 少なくとも20パラメーターの分析手法が確立される。</li> <li>1-2 ANAM 環境質ラボ職員が成果 2 に関連する活動により確立された SOP に基づいて分析する技術を獲得する。</li> <li>1-3 ANAM 環境質ラボ職員が成果 2 に関連する活動により確立された SOP に基づいてサンプリング技術を獲得する。</li> <li>1-4 確立された SOP に基づいて2,000の項目が毎年サンプリングされる。</li> <li>2-1 ANAM 環境質ラボ職員が校正(キャリブレーション)手法を習得する。</li> <li>2-2 ANAM 環境質ラボ職員が不確実性試算手法を習得する。</li> <li>2-3 少なくとも 20 パラメーターの SOP が作成される。</li> <li>2-4 20 パラメーターの SOPs と技術記録の管理が ISO 17025 に基づき実施される。</li> <li>2-5 DIPROCA から、少なくとも 10 名が内部監査員となり、QA/QC 手法に基づいて内部監査を実施する。</li> <li>3-1 ANAM 環境質ラボ職員が産業排水のモニタリング技術を獲得する。</li> <li>3-2 ANAM 環境質ラボ職員が水質の解釈能力を獲得する。</li> <li>3-3 ANAM 環境質ラボ職員が水環境における汚染物質の挙動に係る解析知識を習得する。</li> <li>3-4 選定された1モデル流域での水質モニタリング計画が作成される。</li> <li>3-5 ANAM 環境質ラボ職員が水質基準の妥当性を評価する能力を獲得する。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1-1 分析マニュアル、SOPs</li> <li>1-2 プロジェクト報告書</li> <li>1-3 プロジェクト報告書</li> <li>1-4 ANAM 内部報告書、水質モニタリングプロジェクト報告書</li> <li>2.1 プロジェクト報告書</li> <li>2.2 プロジェクト報告書</li> <li>2.3 SOPs, QA/QC Manual</li> <li>2.4 技術的記録, SOPs</li> <li>2.5 プロジェクト報告書</li> <li>3.1 プロジェクト報告書</li> <li>3.2 プロジェクト報告書</li> <li>3.3 水質モニタリング計画、プロジェクト報告書</li> <li>3.4 水質モニタリング計画、プロジェクト報告書</li> <li>3.5 プロジェクト報告書</li> </ol>	<p>ANAM 環境質ラボの機能を持続させること、あるいは向上させていくこと。</p>



添付資料 3.6 PDM (Version 1)から PDM (Version 2)への変更内容



Version 1 から Version 2 への変更箇所

	修正前 (Version 1)	修正後 (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.



添付資料 3.7 PDM (Version 2)からの PDM (Version 3)への変更内容



Version 2 から Version 3 への変更箇所

	修正前 (Version 2)	修正後 (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



添付資料 3.8 活動スケジュール







添付資料 3.9 HORIBA D-54 校正マニュアルに関する発表資料

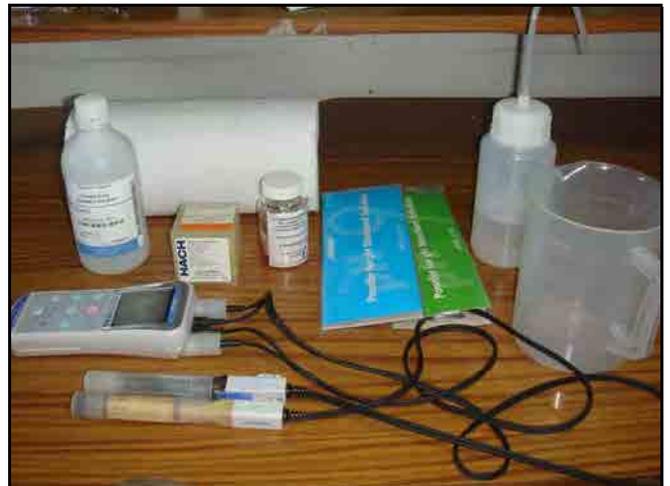


## Manual de calibraciòn Horiba D-54

## 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



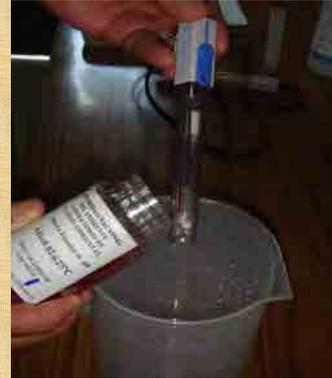
1- Abrir la entrada del electrodo

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



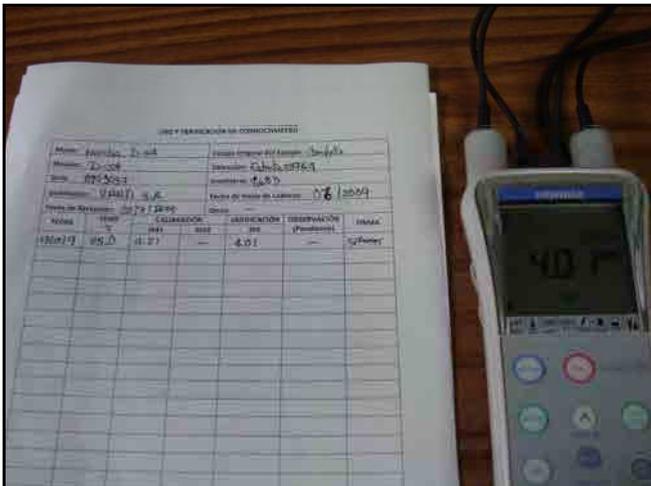
3- Presionar nuevamente MODE para ajustar la medida a calibrar



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

添付資料 3.10 COD の検量線および繰返し試験結果に関する発表資料



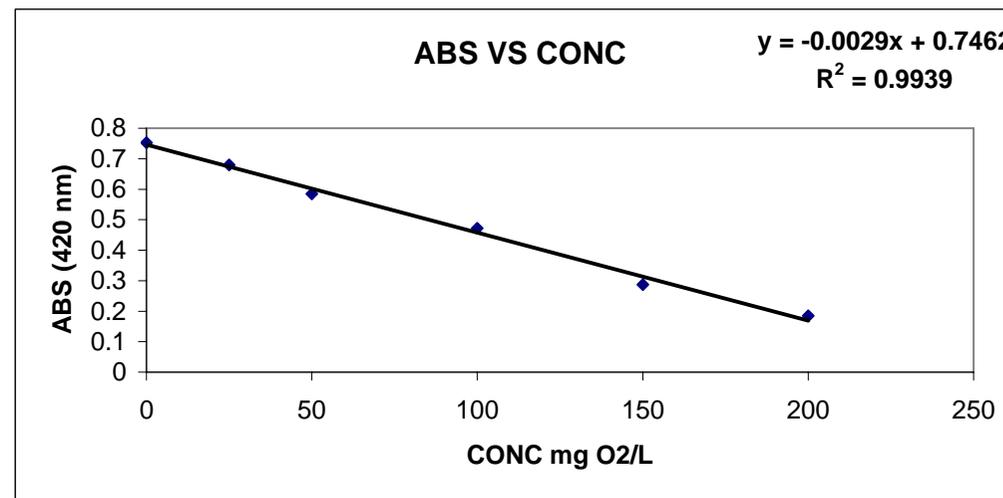


# DEMANDA QUIMICA OXIGENO (DQO)

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



添付資料 3.11 BOD の繰返し試験結果に関する発表資料



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: dolución, 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





添付資料 3.12 イオンクロマトグラフの繰返し試験結果に関する発表資料

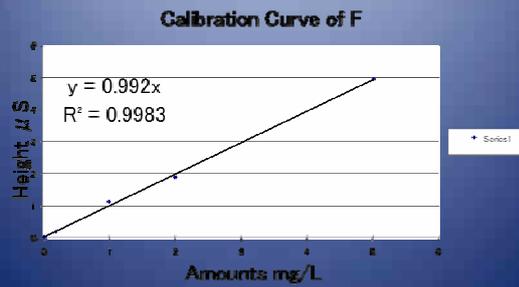


## Cromatografía de Intercambio Iónico DIONEX

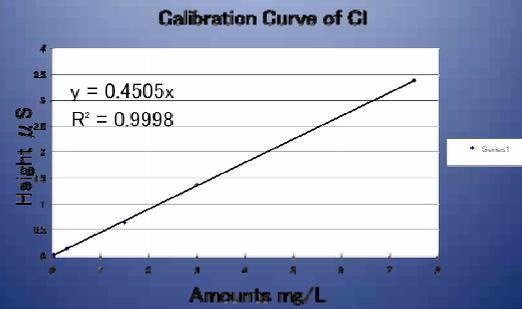
## Cromatografía Aniónica

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

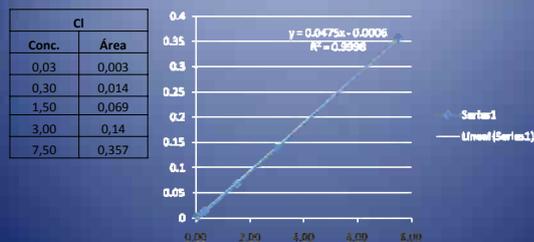
## Curva de Calibración del anión F



## 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	sample1	sample2	sample3	sample4	smple5	Mean	STD	STD (%)
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

添付資料 3.13 模擬内部監査の結果



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.

添付資料 3.14 Hg 分析機器の操作概要



## Método de Vapor en Frío para Análisis de Mercurio

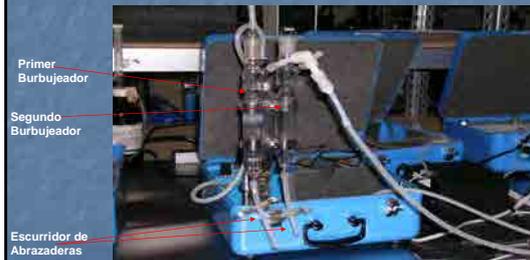
## Aplicación de la Técnica Vapor en Frío

- 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

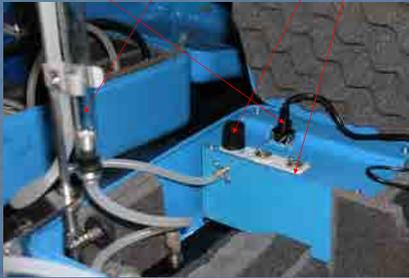


## Procedimiento para Operar el Equipo

## 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



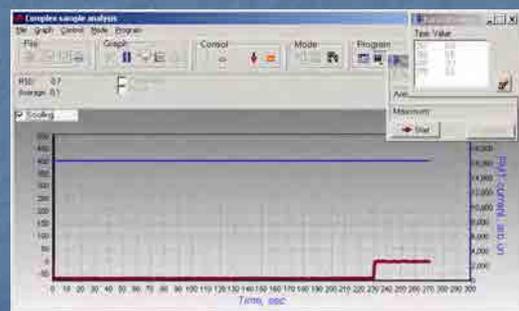
Icono del Programa



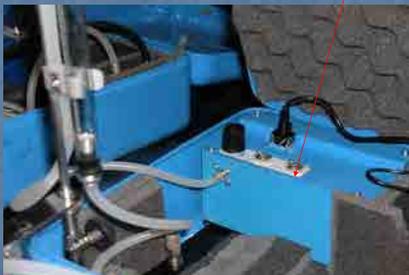
Modo de Abrir



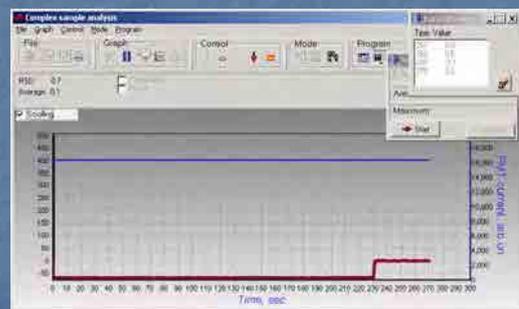
Gráfica de Análisis



Girar el botón de on hacia atrás



Y seguido dar click en start



Gracias



添付資料 3.15 Hg 分析手順の要約



# 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.



添付資料 3.16 マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル概要





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



添付資料 3.17 マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル



 <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:

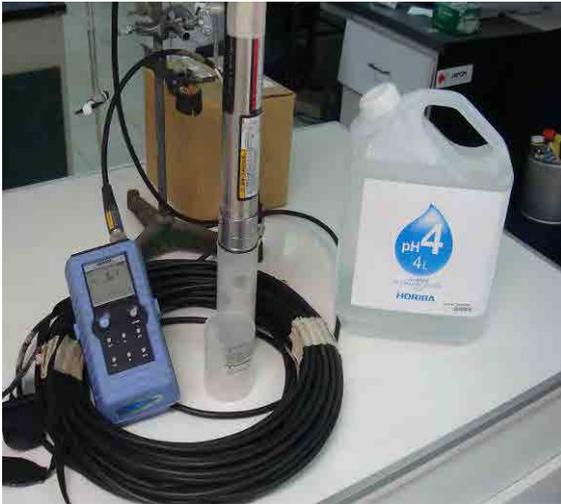
Solución Estándar pH 4

### 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



添付資料 3.18 マルチ水質モニタリングシステムの現場での操作状況及び課題





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

添付資料 3.19 T-coli, F-coli の分析手法の概要及び繰り返し分析結果(分析者:Ms. Ana Raquel Tuñon)





AUTORIDAD NACIONAL DEL AMBIENTE

DIRECCIÓN DE PROTECCIÓN DE LA CALIDAD AMBIENTAL

LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL

SECCIÓN DE MICROBIOLOGÍA

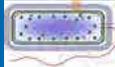


## OBJETIVOS

- 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.**

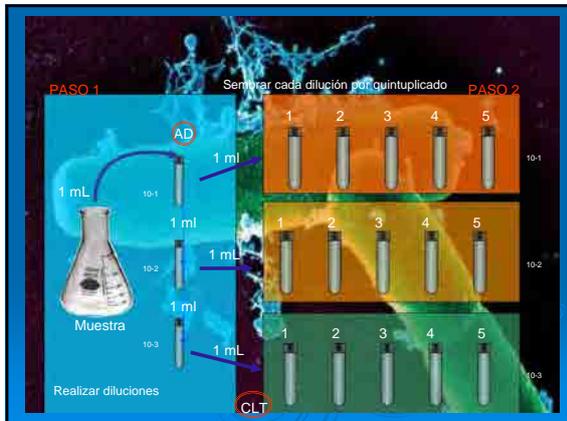


## COLIFORMES FECALES

- 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.

Incubación

Medios de cultivos

Crecimiento en 24 horas (CT/CF)

**Procedimiento FM**

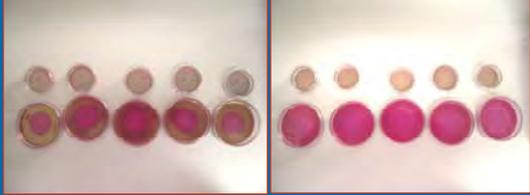
**> Coliformes Totales**  
 Colonias de color rojo metálico brillante.  
 Medios: m Endo Less.  
 Incubación: 35°C +/- 0.5 °C por 24 +/- 2 horas.



**> Coliformes Fecales**  
 Colonias de color azul.  
 Medios: m-FC.  
 Incubación : 44.5°C +/- 0.5°C por 24 +/- 2 horas.



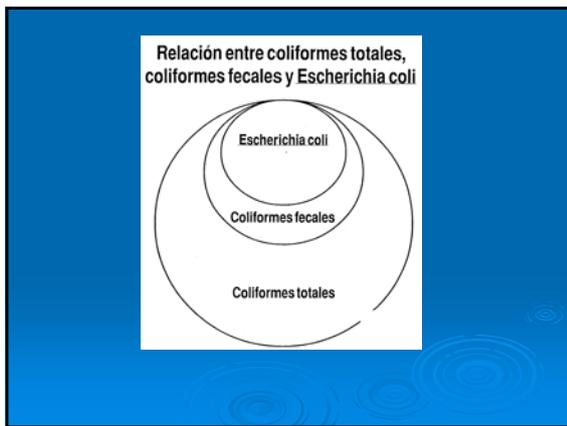
**Procedimiento FM**



CT	480	450	430	620	450
CF	70	110	300	110	300

**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.



**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



添付資料 3.20 T-coli、F-coli の繰り返し試験結果（分析者：Ms. 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



添付資料 3.21 本邦研修で習得した知見に関する発表資料






# 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



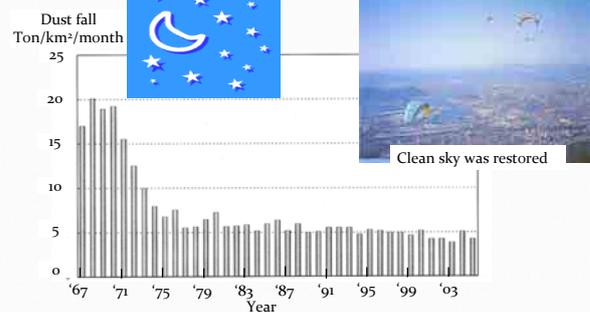
Dust on roof tile

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)

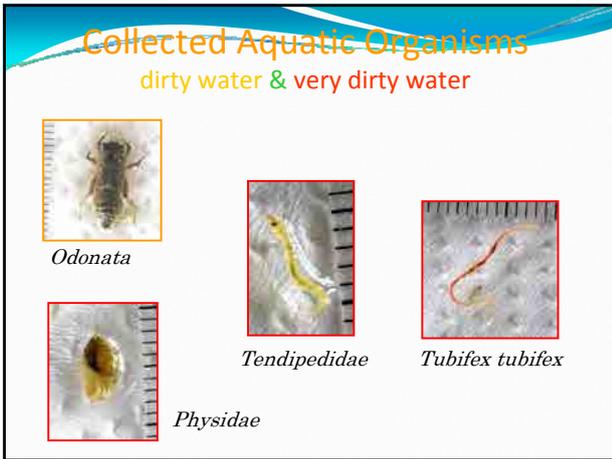
## Bioindicadores



## Gather of Aquatic Organisms



← Water Flow

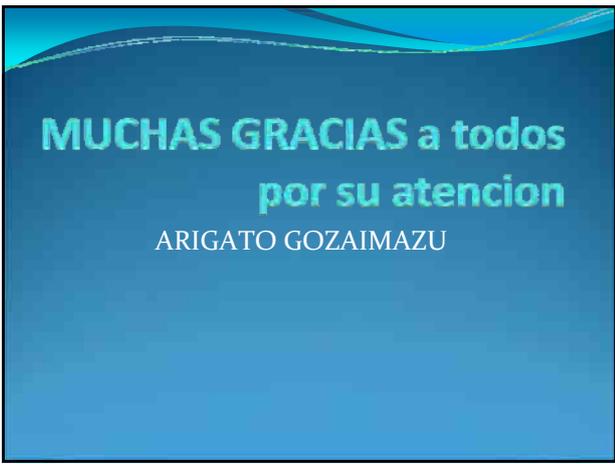


### Classification of water quality by aquatic organisms

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			
<i>Hydropsychinae</i>	● (1+1) 2	● 2	lobbiera
<i>Ephemeroptera</i>	○ 1	● 2	kagorou
<i>Physidae</i>	○ 1	● 5	hiratadomushi
<i>Semisulcospira</i>	○ 1	○ 1	kawarina
<i>Odonata</i>	○ 1	○ 1	yago
<i>Tendipedidae</i>	○ 1	○ 1	yasuriba
<i>Tubifex tubifex</i>	○ 1	○ 1	tomimizu
<i>Physidae</i>	○ 1	○ 2	sakamagari
<i>Hydropsychinae</i>	○ 1	○ 1	boromushi
<i>Acentropinae</i>	○ 1	○ 1	mizumeika
<i>Pomacea canaliculata</i>	○ 1	○ 1	sukumirigagai
<i>Tubifex</i>	○ 1	○ 1	otamaibushi
<i>Physidae</i>	○ 1	○ 1	otamaibushi

color	class
	clean water
	dirty water
	very dirty water





**MUCHAS GRACIAS a todos  
por su atencion**

ARIGATO GOZAIMAZU

添付資料 3.22 マルチ水質モニタリングシステム操作マニュアル



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



## 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

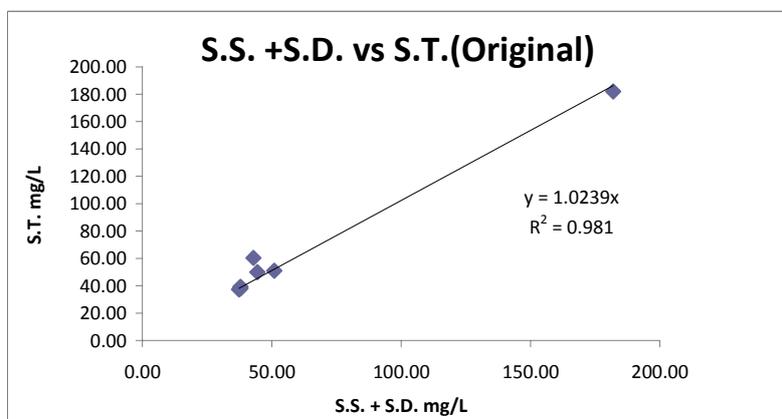
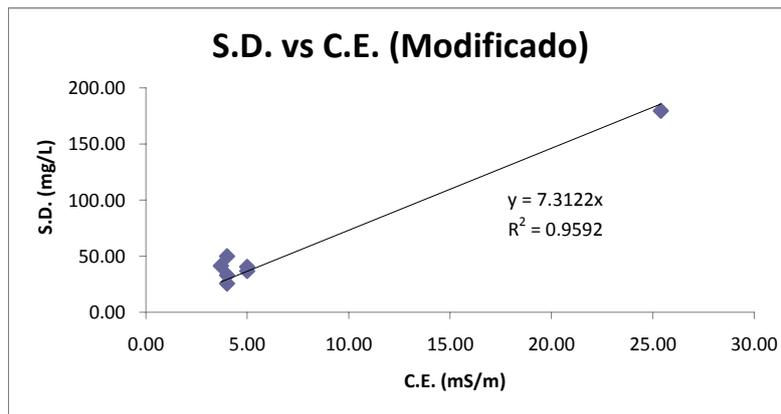
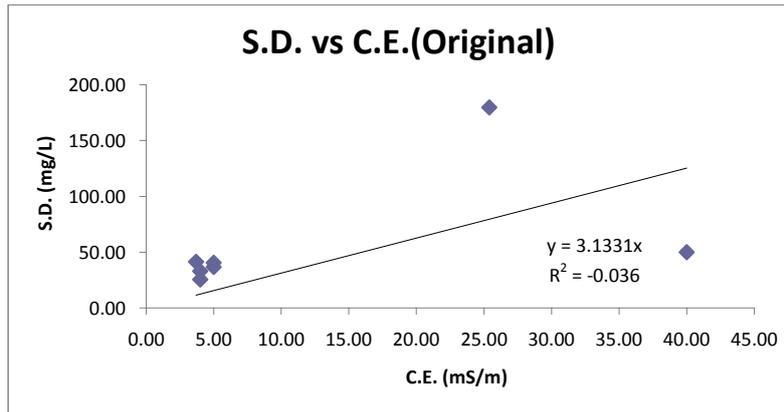


添付資料 3.23 Santa María 川における TS、SS、DS、EC の相関関係



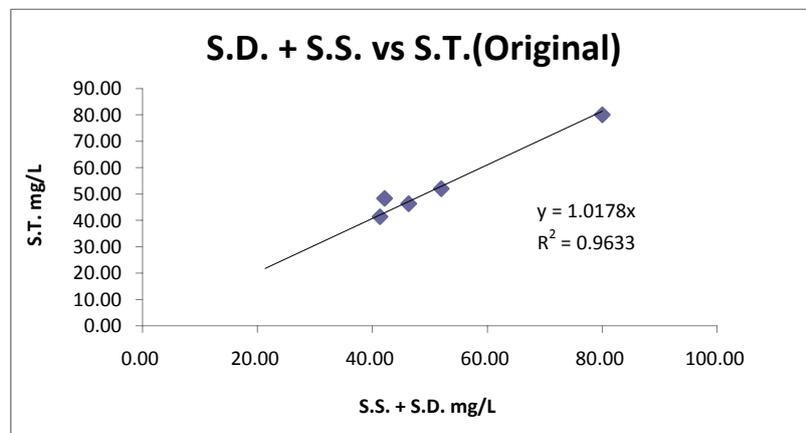
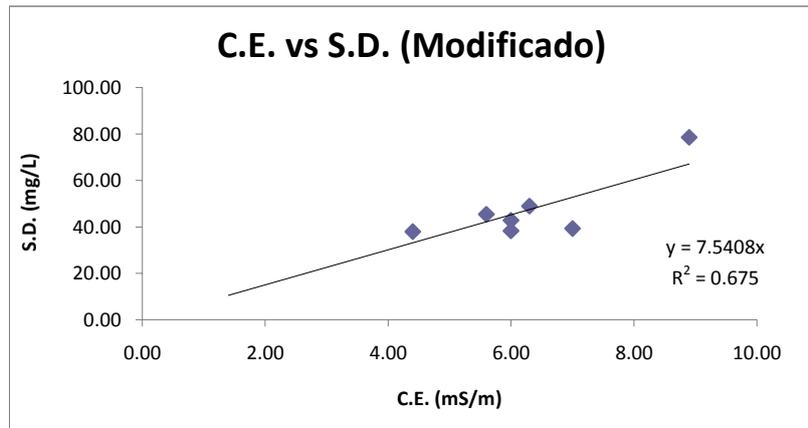
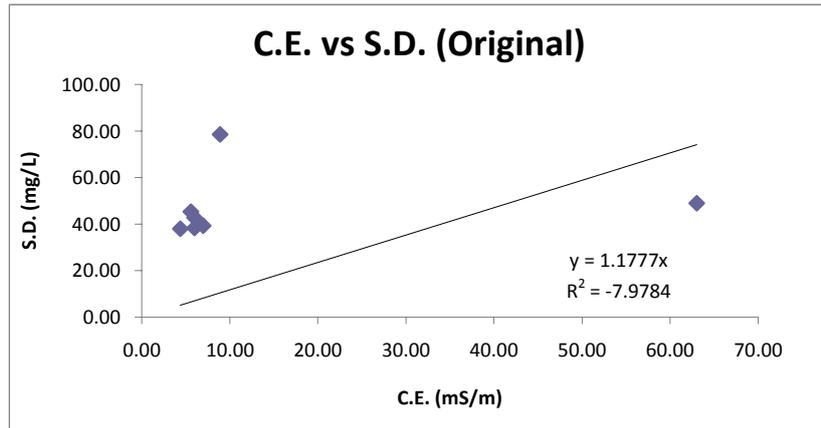
### Monitoring Station 1

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



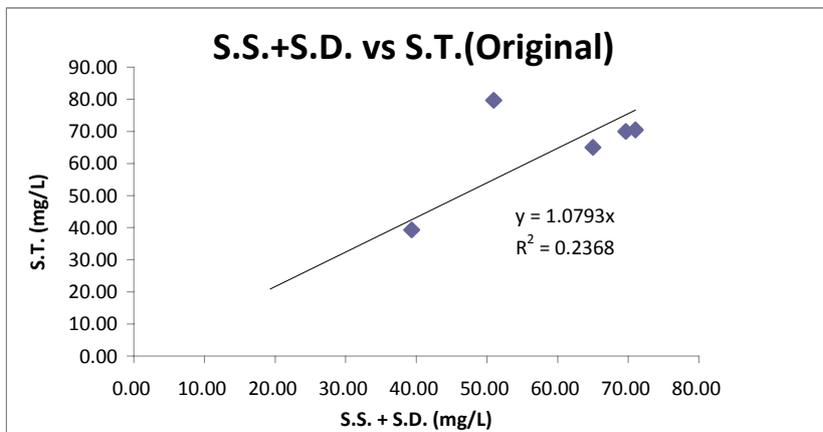
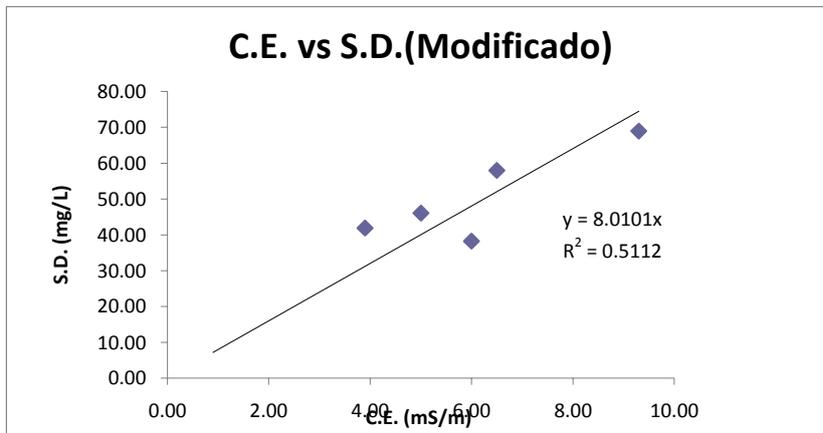
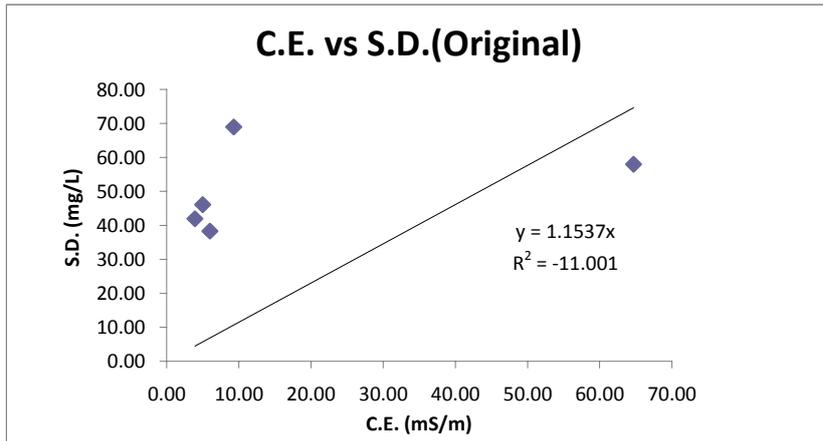
## Monitoring Station 2

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



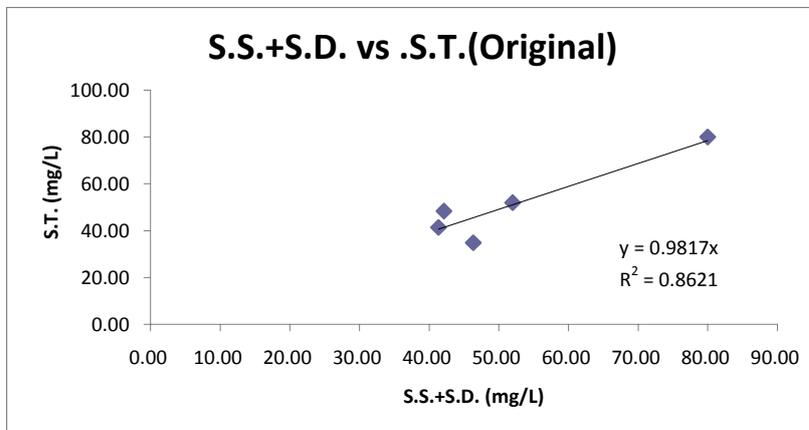
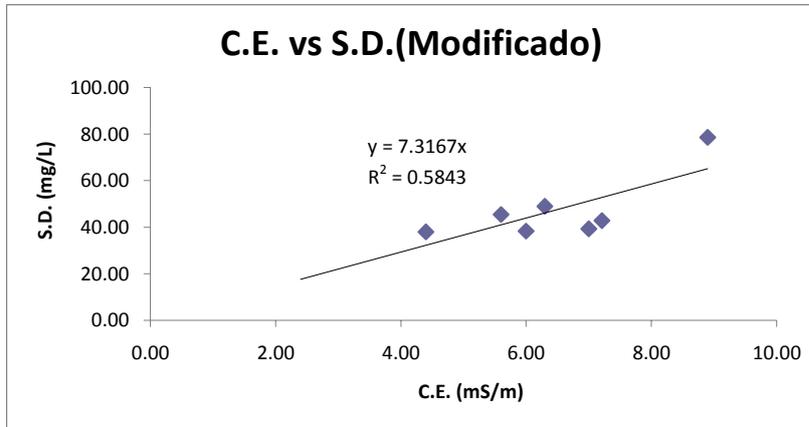
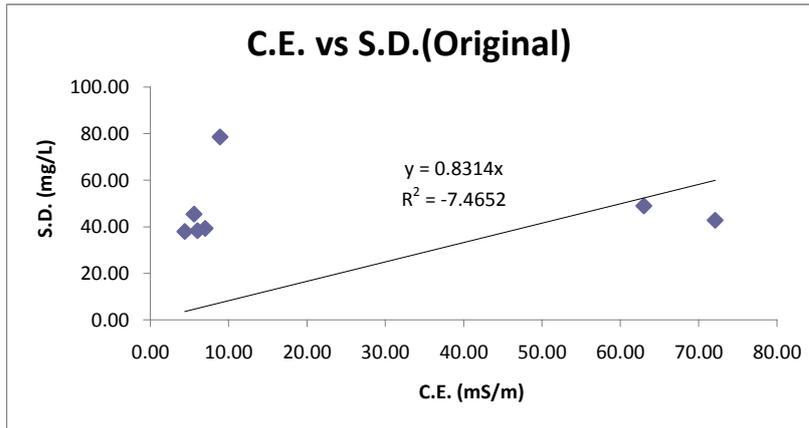
### Monitoring Station 3

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



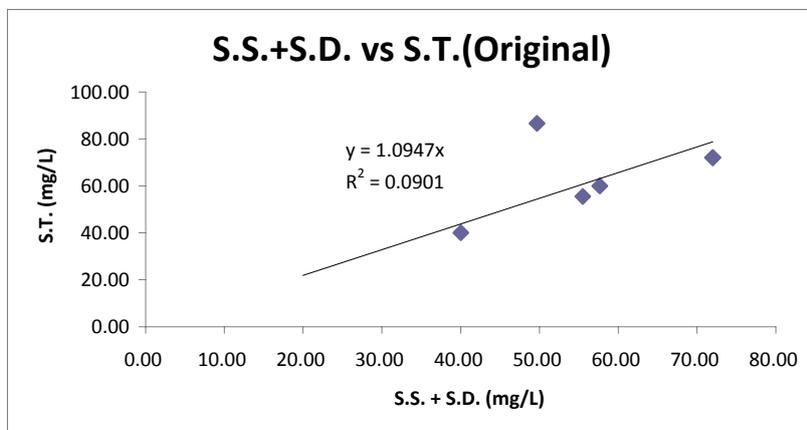
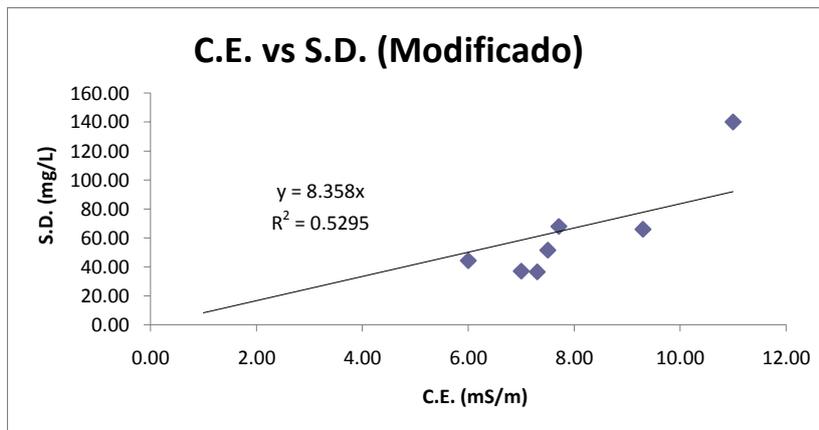
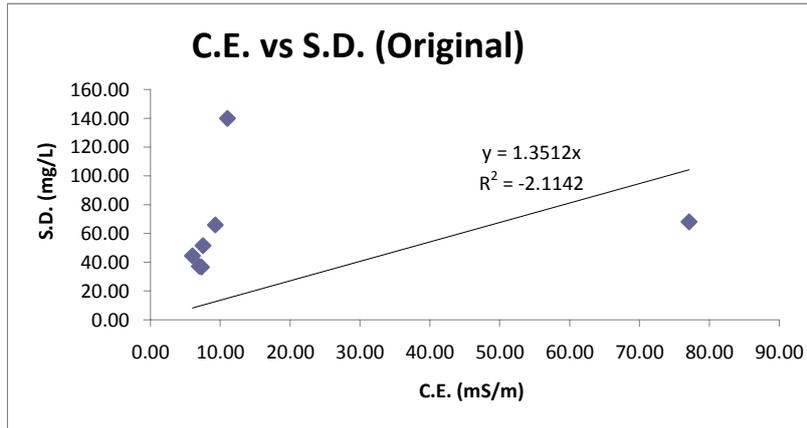
### Monitoring Station 4

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



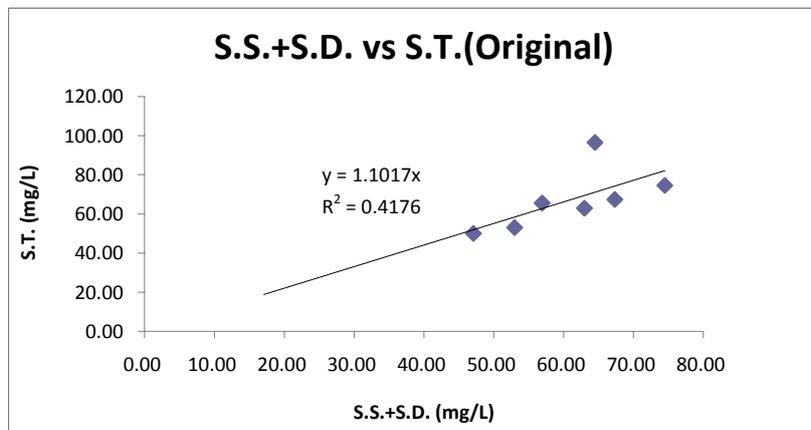
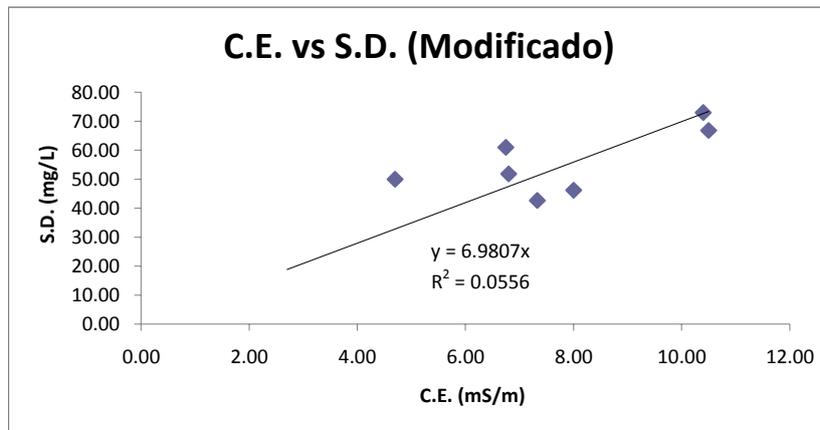
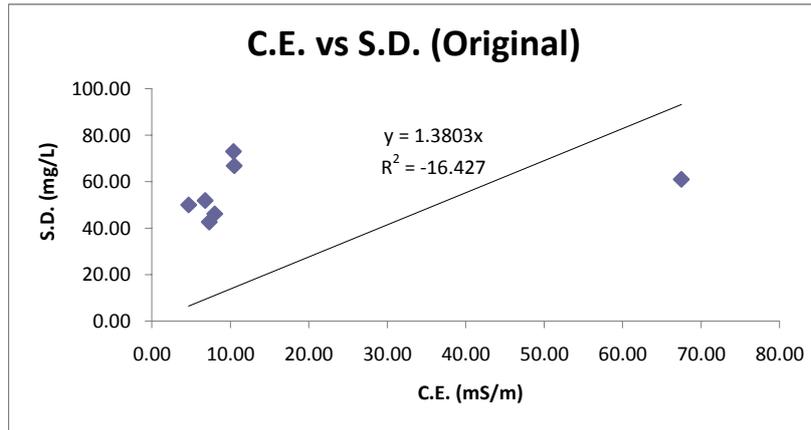
### Monitoring Station 5

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



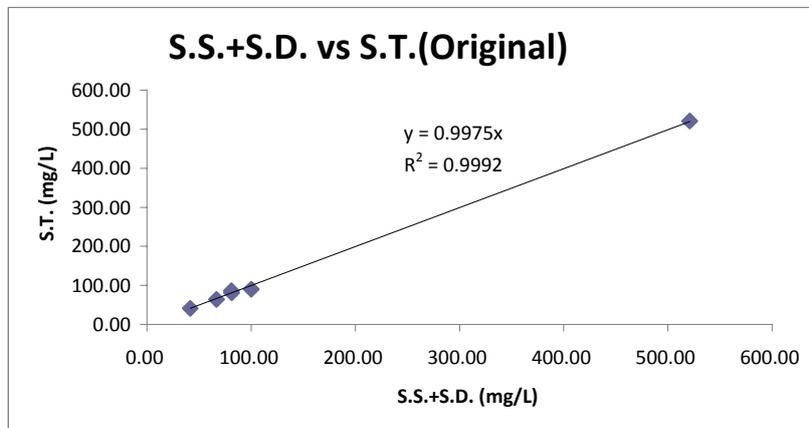
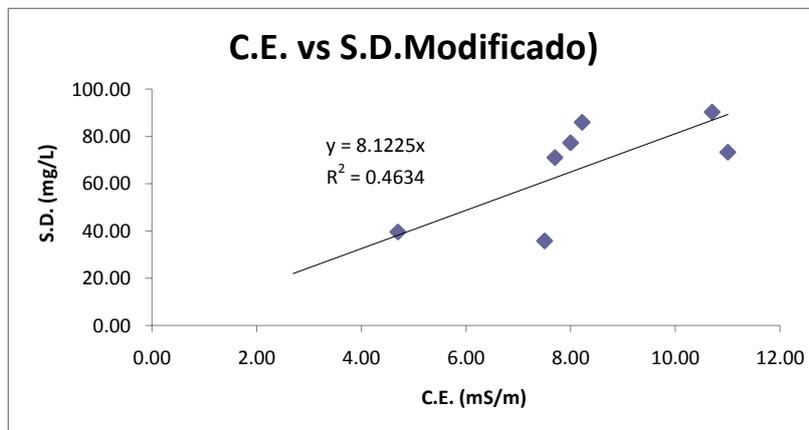
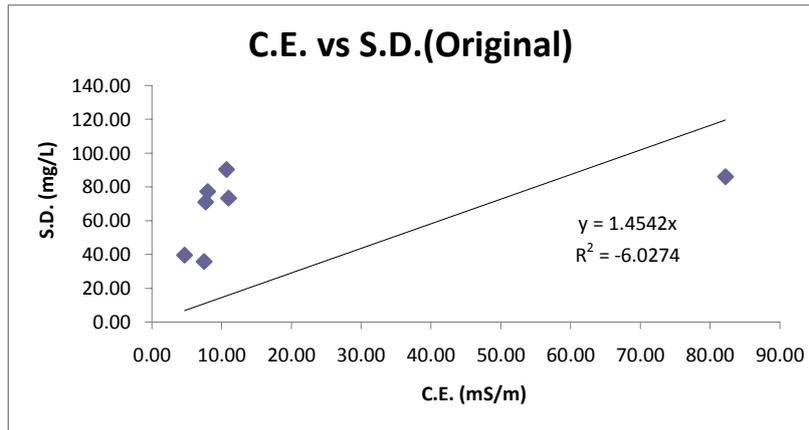
### Monitoring Station 6

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



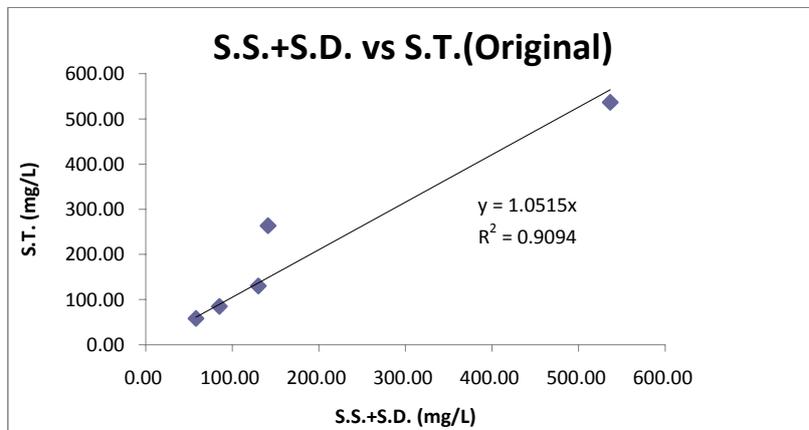
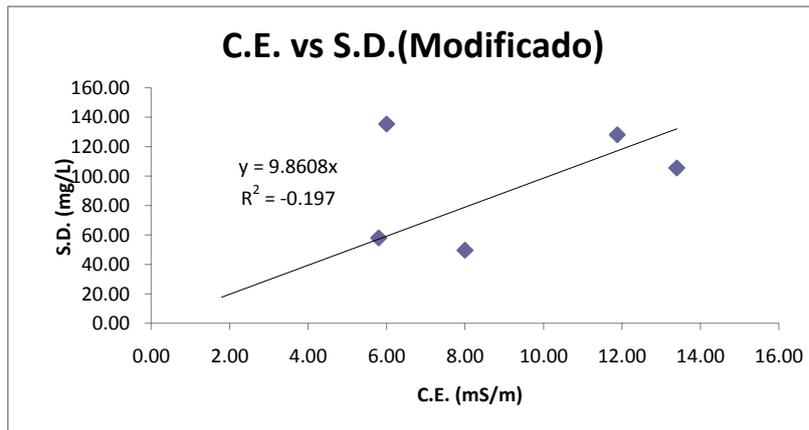
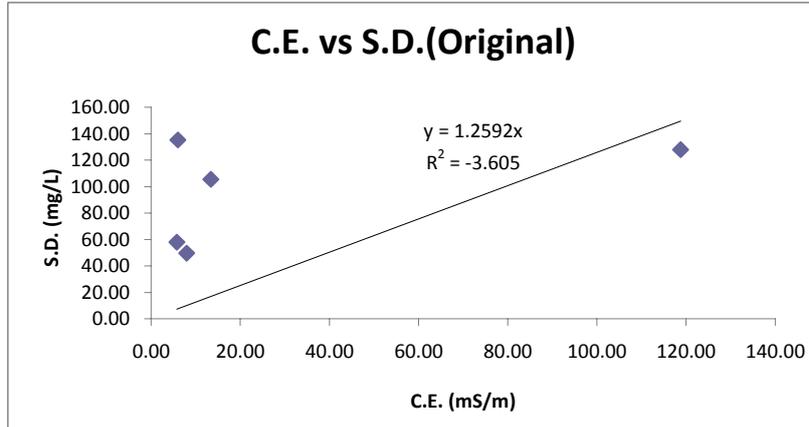
### Monitoring Station 7

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



添付資料 3.24 EC の一般値



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)

$$Y = 0.758X^{0.984}$$



添付資料 3.25 模擬内部監査の結果に関する発表資料： Hg 分析



**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

添付資料 3.26 模擬内部監査の結果に関する発表資料：大腸菌分析





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



12

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	



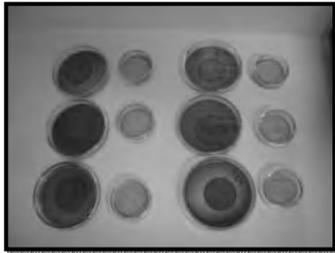
**Incubación**




**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



添付資料 3.27 河川流量の測定手順、流量計算等に関する発表資料

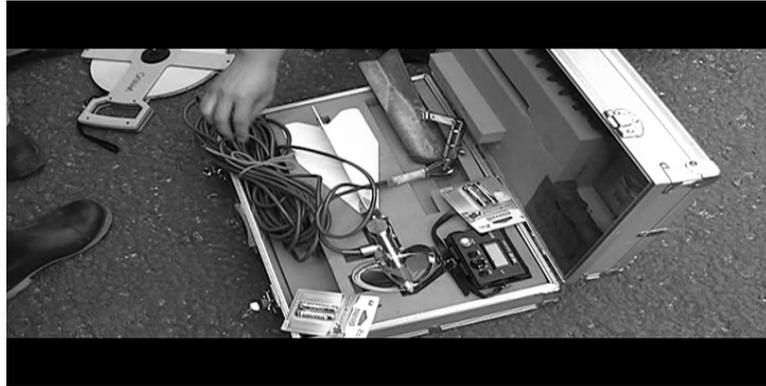


## Medidor de Caudal (Caudalímetro)



autoridad  
nacional del  
ambiente

Elaborado por:  
Lic. Dionis Díaz  
Lic. Olmedo Pérez



## Río Chame



autoridad  
nacional del  
ambiente



**Procedimiento**



**autoridad  
nacional del  
ambiente**



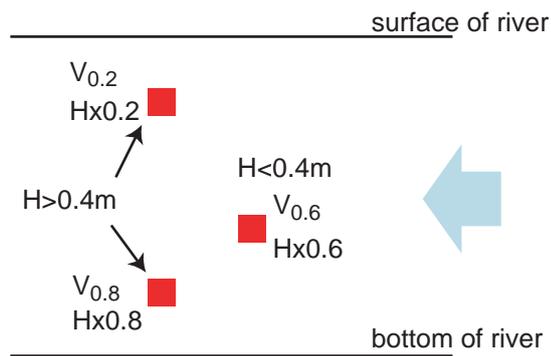
**Resultados**

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



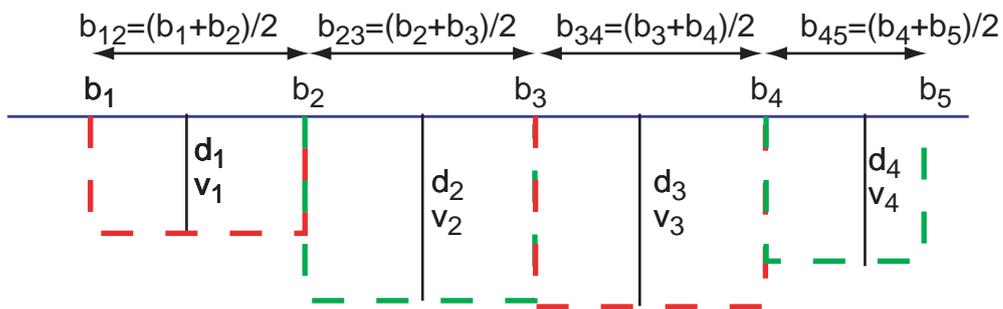
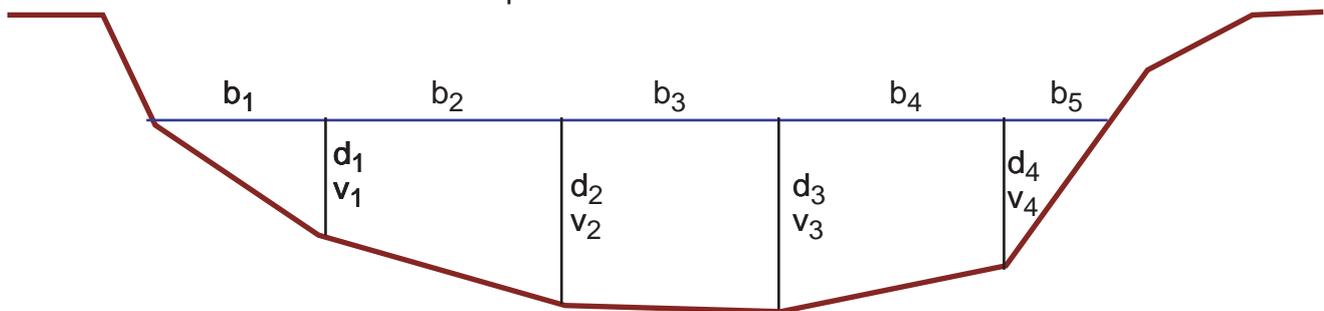
**GRACIAS!!!**

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 =  $b_{12} \times d_1$

area 2 =  $b_{23} \times d_2$

discharge 1 = area 1  $\times v_1$

discharge 2 = area 2  $\times v_2$

area 3 =  $b_{34} \times d_3$

area 4 =  $b_{45} \times d_4$

discharge 3 = area 3  $\times v_3$

discharge 4 = area 4  $\times v_4$

Discharge,  $Q = \text{discharge 1} + \text{discharge 2} + \text{discharge 3} + \text{discharge 4}$

Nombre de equipo \_\_\_\_\_

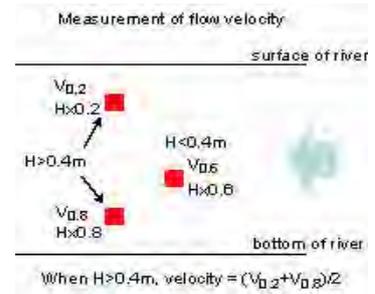
Ubicación \_\_\_\_\_

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



添付資料 3.28 模擬内部監査の結果に関する発表資料：洗剤分析




**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 (WRAS)	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	Posible 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



添付資料 3.29 模擬内部監査の結果に関する発表資料：記録の管理



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. ○	

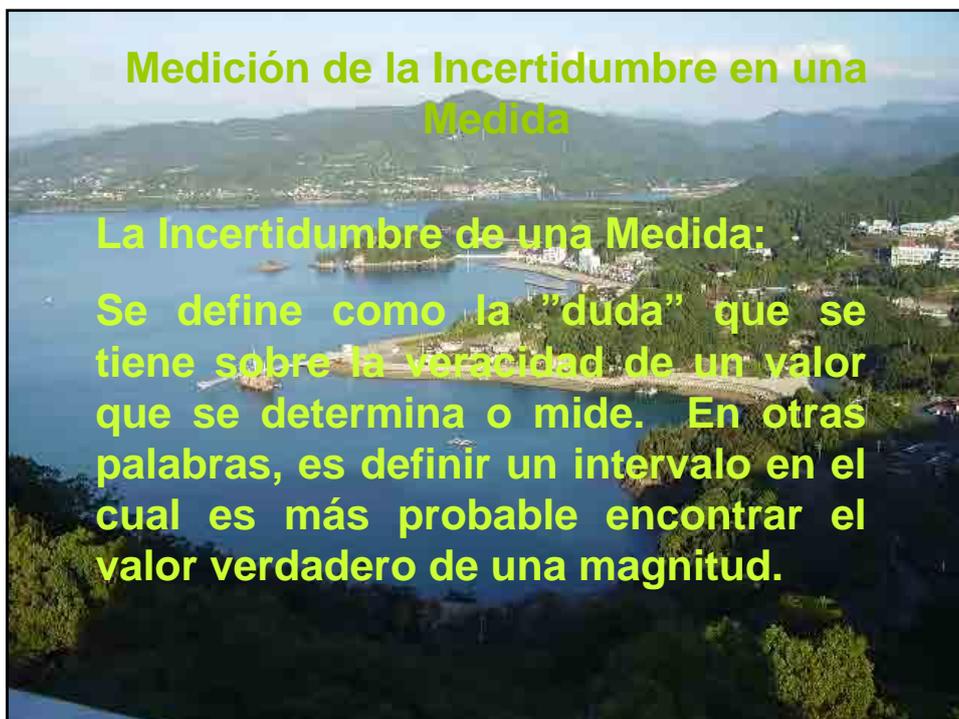
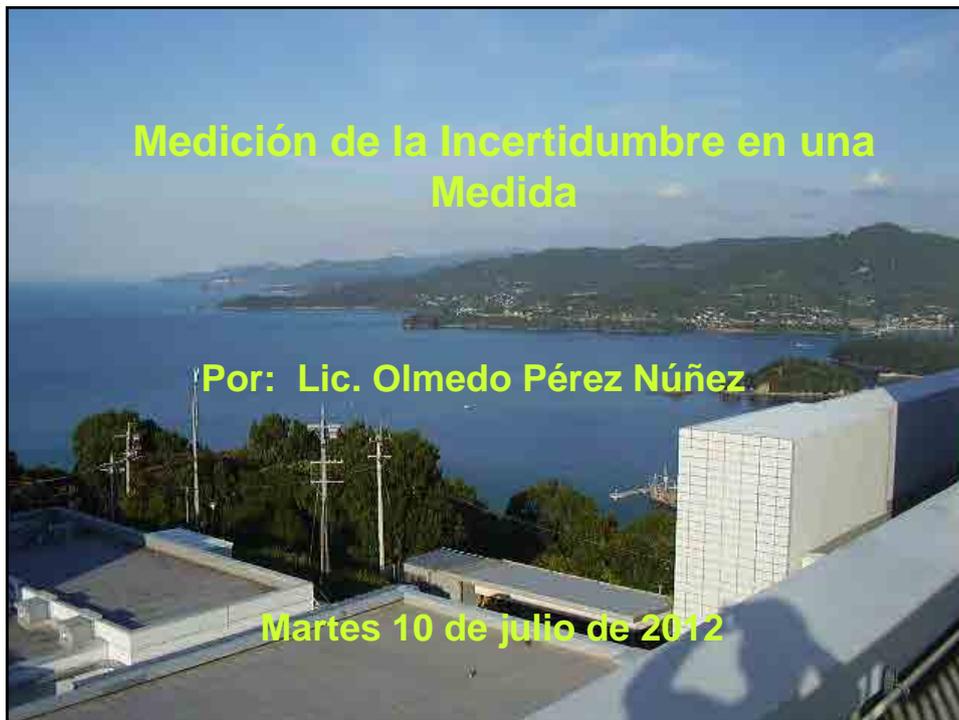
**Nota:** Conformidad : ○,  
No Conformidad Significativa : A, No Conformidad Media : B, Confirmación : C

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

添付資料 3.30 不確実性試算に関する発表資料





## 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

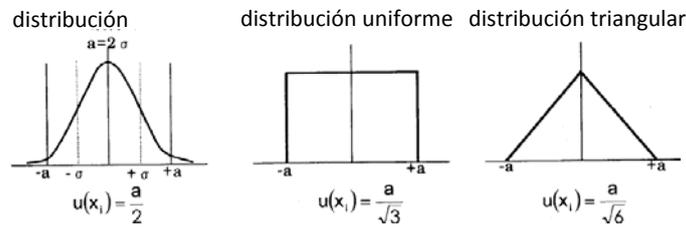
1. Desviación Estándar
2. Regresión de Mínimos Cuadrados

➤ **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.

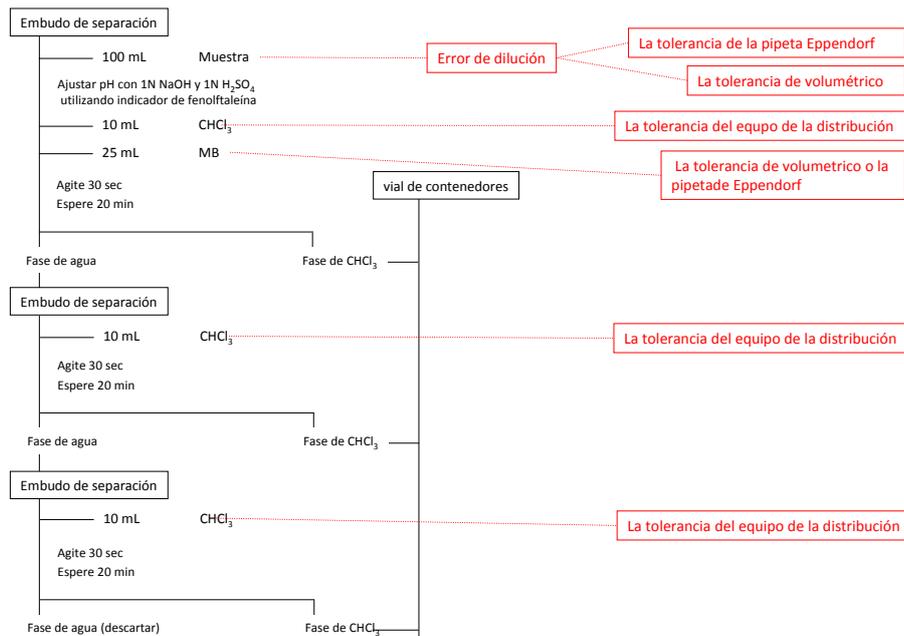
## Evaluación del método de la incertidumbre para la medición

	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

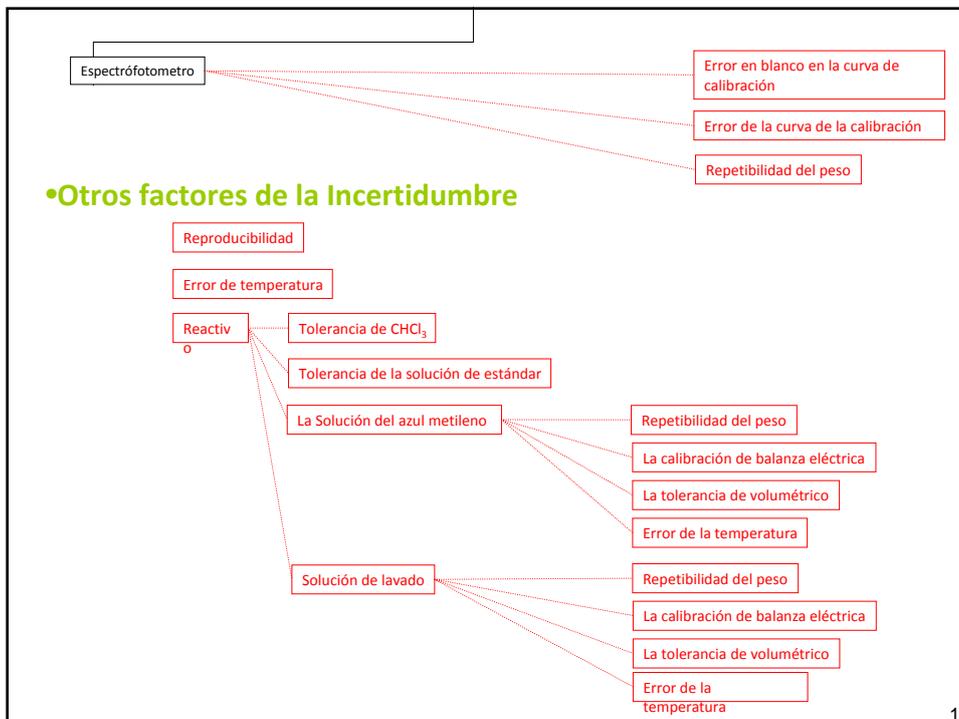
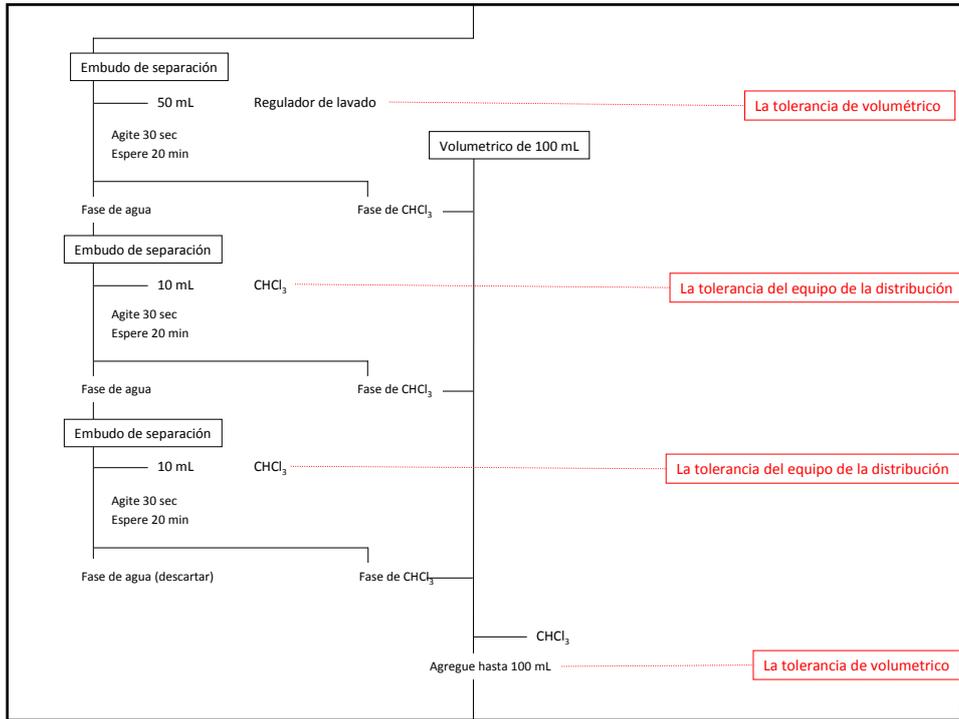


7

## Medición de la Incertidumbre en una Medida

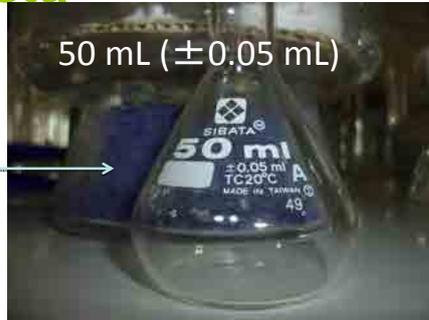


8



# Respuesta

NaCl 2 g (S.D. ±0.02g)



Solución NaCl = X g/L (±Y g/L)

$$X = 2 * 1000 / 50 = 40 \text{ (g/L)}$$

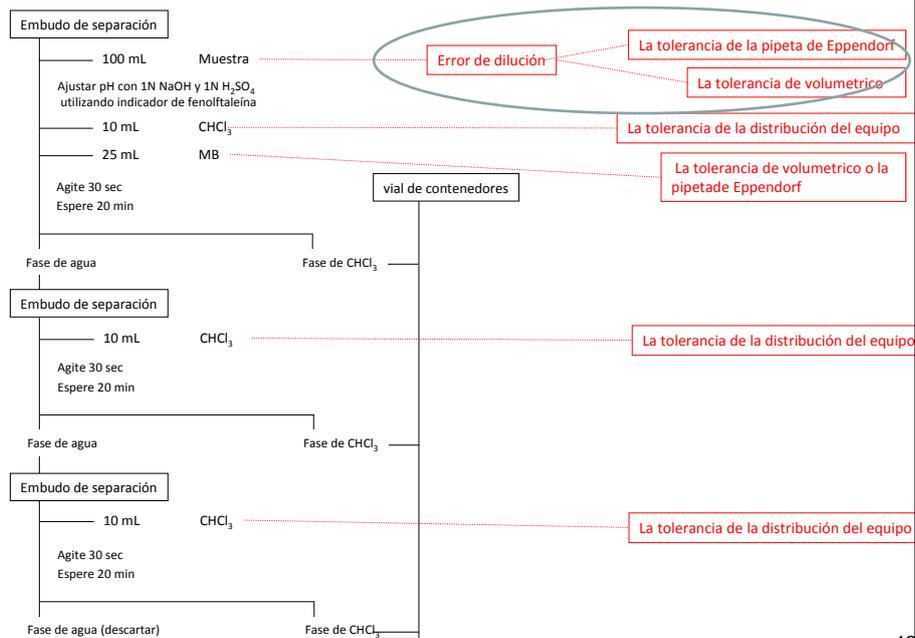
$$Y = 40 \sqrt{\{0.01^2 + (0.001 / \sqrt{3})^2\}}$$

Peso NaCl	=	2 (g)
Incertidumbre estándar	=	±0.02 (g)
Incertidumbre estándar relativa	=	±0.02/2 = ±0.01 (±1%)

Volumen total	=	50 (mL)
Tolerancia de frasco volumétrico	=	±0.05 (mL)
Incertidumbre estándar	=	±0.05/√3 (mL)
Incertidumbre estándar relativa	=	±0.05/√3/50 = ±0.001/√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

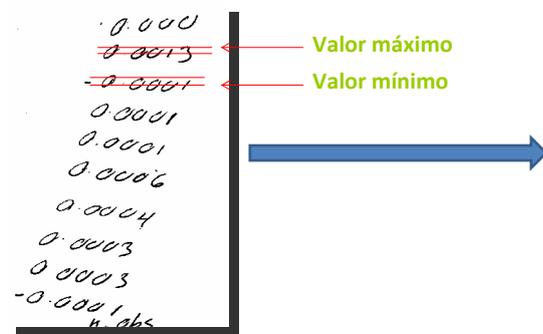
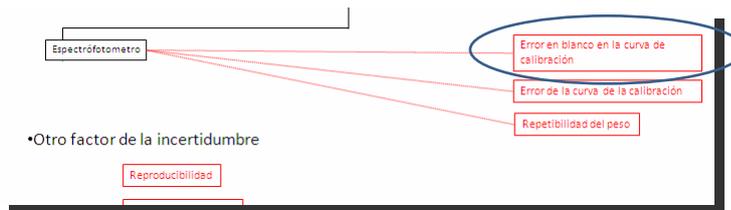
Volumén total =	100 mL
Tolerancia de frasco volumétrico =	$\pm Z$ mL
Incertidumbre estándar =	$\pm Z/\sqrt{3}$ (mL)
Incertidumbre estándar relativa =	$\pm Z/\sqrt{3}/100$

∴ 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



	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

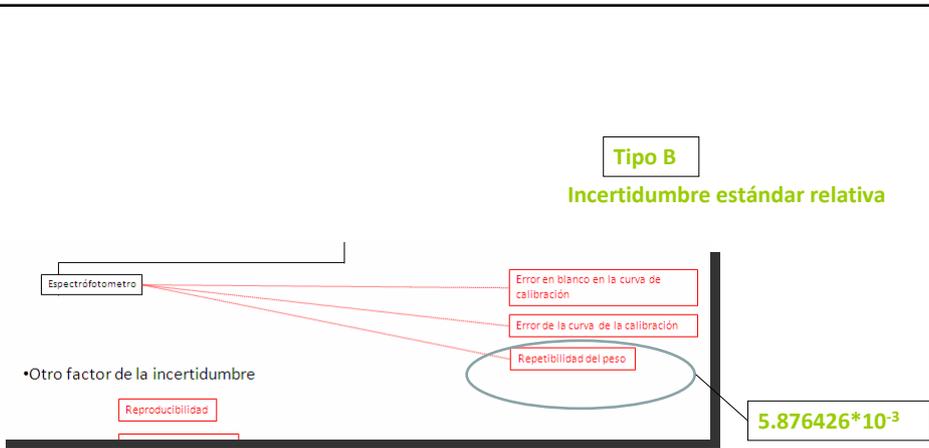
16

	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			

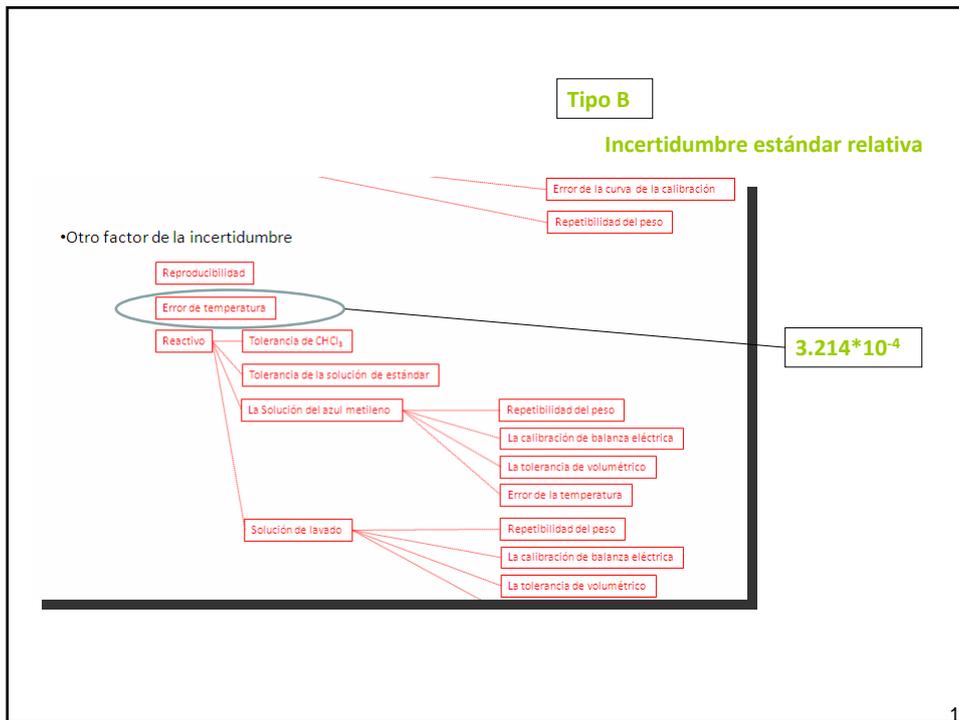
	A	B	C
1	Uncertainty in repeated test		
2			
3			
4			OD
5		n=1	0.1153
6		n=2	0.1156
7		n=3	0.1166
8		n=4	
9		n=5	
10		n=6	
11		n=7	
12		n=8	
13		n=9	
14		n=10	
15		Average	0.115833333
16		n=	3
17	Incertidumbre estándar (S.D.)		0.000680686
18	Incertidumbre estándar relativa		0.005876425

**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	41%	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	37%	Humid. Aire
24	26°C	38%	Humid. Aire
25	27°C	38%	Humid. Aire
26			
27			
28			
29	27°C	46%	Humid. Aire
30	26°C	44%	Humid. Aire
31	24°C	45%	Humid. Aire

Observaciones: .....

Temp. Inicial	Temp. final
	24
	27
	24
	22
	24
	24
	26
	24
	22
	25
	23
	24
	24
	24
	21
	24
	23
	23
	27
	24
	26
	24
	27
	23
	27
	27
	25
	26
	23
	24
	23
	22

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

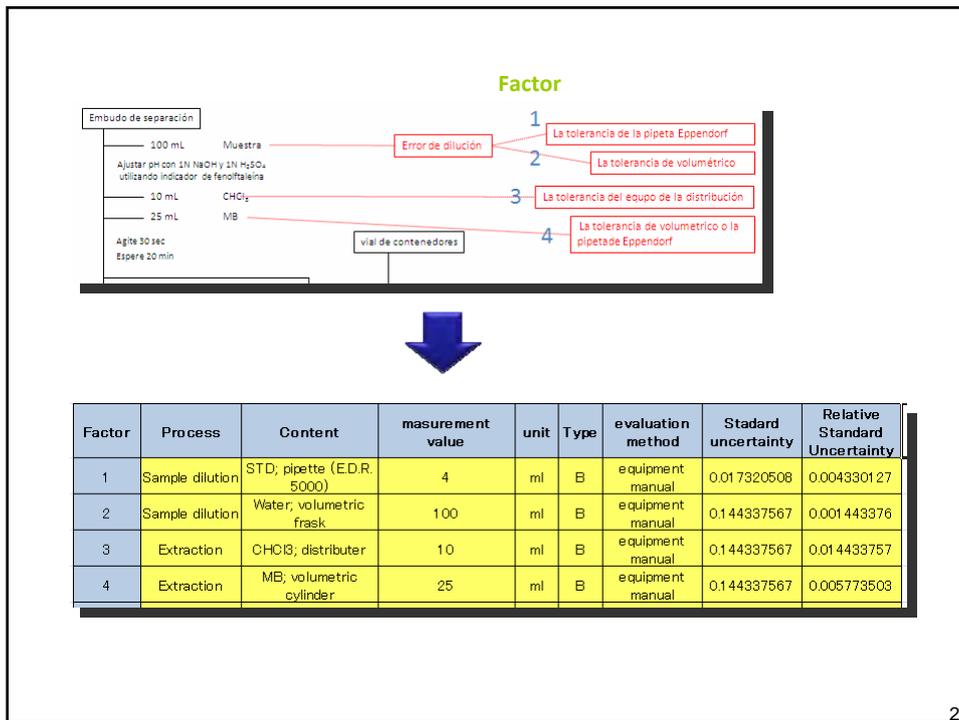
Sample name	sample	exactly			
Sample volume (mL): c	100	100			
Extraction scale (mL): d	100	100	100	100	100
Dilution ratio: e	0.5	1			
Optimal density: f	0.1166	0.002			
Concentration (mg MBAS/L): g	10.54174	0.014565			
Quantification limit (mg MBAS/L): h	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Comparison with Quantification limit	over	<0.1			
significant digit	2	2	2	2	2
Reporting value (mg MBAS/L)	11.0	<0.1			

23

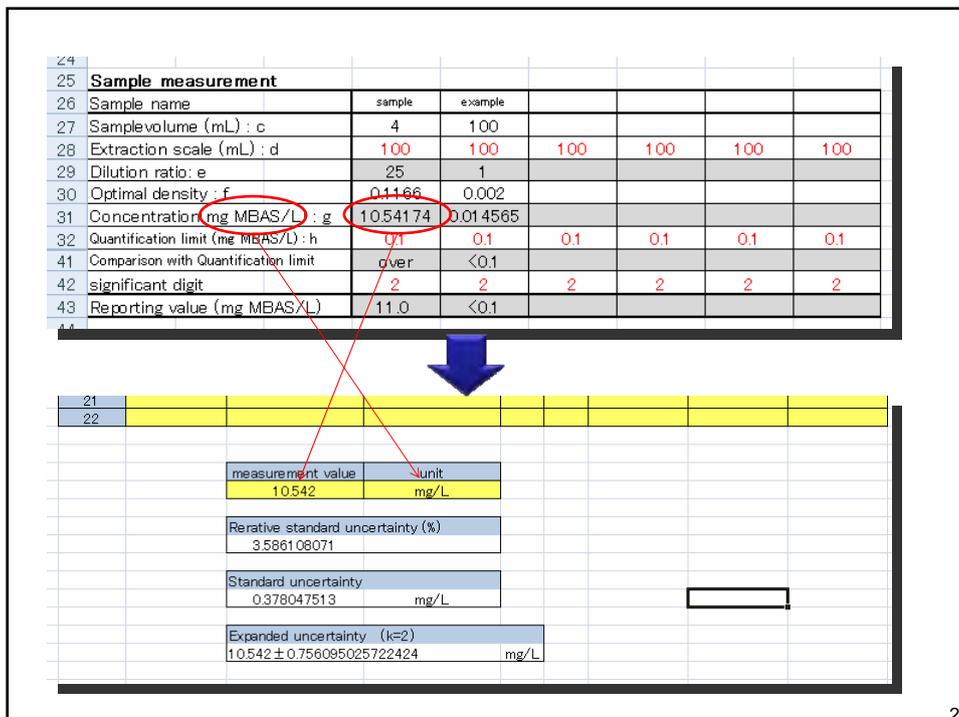
## Hojas de calculo de Incertidumbre

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:  $k=2$

