

## 1. INTRODUCCIÓN

Empresas Públicas de Armenia es una empresa Industrial y comercial de orden municipal, cuya función principal es la prestación de servicios públicos de acueducto, alcantarillado, planta de tratamiento de agua potable, entre otras. En el año 2001 se implementó el sistema de gestión de la calidad, y se obtuvo la certificación del ISO 9001:2000 en la División de Cuenca, Captación, Conducción y Planta de tratamiento, además la empresa dispone de un **laboratorio de control de calidad** con la tecnología necesaria para la realización de análisis físico químicos y bacteriológicos en aguas crudas y tratadas, garantizando que los resultados analizados sean ejecutados con métodos confiables y seguros, exigidos por el Decreto 475 de 1998 en el cual se reglamentan las normas técnicas de calidad de agua potable.

El laboratorio de control de calidad de Empresas Públicas de Armenia mediante la implementación de la **Norma Técnica Colombiana (NTC) ISO/IEC 17025** (requisitos generales de competencia de laboratorios de ensayo y calibración), propone una serie requisitos del sistema de gestión y técnicos, que un laboratorio de ensayo y calibración debe cumplir, y así demostrar su idoneidad técnica para satisfacer las necesidades de sus clientes.

Con el fin de cumplir con la reglamentación exigida por la **Superintendencia de Industria y Comercio** para el proceso de una futura Acreditación del **LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD** ubicado en la ciudad de Armenia, se desarrollaron las validaciones para los siguientes métodos analíticos: Acidez, Alcalinidad, Dureza total, Calcio y Cloruros.

Este trabajo contiene una validación de parámetros establecidos que constituye la evidencia documentada de un procedimiento analítico, que conducirá con un alto grado de seguridad a la obtención de resultados precisos y exactos dentro de las especificaciones y los atributos de calidad previamente establecidos.

Para llevar a cabo la validación de los parámetros para acidez, alcalinidad, dureza total, cloruros y calcio se empleo la técnica de titulación volumétrica, se utilizaron como guía los métodos descritos (a), posteriormente se analizaron los parámetros de precisión, exactitud, mediante un tratamiento estadístico adecuado.

Un elemento muy importante en la calidad es la documentación involucrada en los procedimientos analíticos rutinarios como los formatos de registro de las observaciones originales, los cuales se convierten en documentos esenciales para el control de la calidad. Los registros técnicos son acumulación de datos que resultan de los ensayos y calibraciones, permitiendo que se efectúen las evaluaciones necesarias para el rechazo o aprobación de la calidad especificada a los parámetros del proceso.

## **2. JUSTIFICACIÓN**

En el Laboratorio de Control de Calidad de Empresas Publicas de Armenia se requieren acciones encaminadas a la validación y confiabilidad de los datos entregados, los cuales están enmarcados dentro del hacer del proceso que ameritan un seguimiento, control y medición estricto, bajo los lineamientos de un manual específico, siendo la prioridad llevar a cabo el control de calidad del agua potable mediante los análisis requeridos y necesarios para cada uno de ellos, conforme con la legislación vigente que garantice que los resultados de los análisis fisicoquímicos y bacteriológicos para agua potable son confiables y seguros.

Este trabajo esta enfocado en la elaboración e implementación de los métodos de validación para los parámetros volumétricos a través del uso de medidas analíticas que sean exactas, confiables y adecuadas. Por lo anterior, el Laboratorio de Agua Potable de Empresas Públicas de Armenia, desea demostrar su compromiso con la calidad, el bienestar y conformidad de sus clientes mediante la implementación de la norma NTC ISO/ IEC 17025, la cual permite evidenciar que el laboratorio es técnicamente competente y se encuentra en capacidad de generar resultados validos técnicamente para ofrecer sus servicios en un futuro.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1 GENERAL**

Validar los métodos volumétricos para acidez, alcalinidad, dureza total, cloruros y calcio, del laboratorio de control de calidad de agua potable de las EMPRESAS PÚBLICAS DE ARMENIA.

#### **3.2 ESPECÍFICOS**

- Analizar los métodos volumétricos existentes en el laboratorio de agua potable para la validación de los parámetros de acidez, alcalinidad, dureza total, cloruros y calcio.
- Establecer el procedimiento estadístico para la validación de los diversos métodos volumétricos aplicados en el laboratorio de control de calidad de agua potable.
- Realizar la calibración del material volumétrico requerido en la validación de los métodos.
- Determinar el grado de confiabilidad para los diversos métodos analíticos utilizados en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPRESAS PÚBLICAS DE ARMENIA.

## 4. MARCO TEÓRICO

### 4.1 ANTECEDENTES

Se requieren métodos analíticos fiables para cumplir con las normativas nacionales e internacionales en todas las áreas de análisis. Por lo tanto, está admitido internacionalmente que un laboratorio deba tomar las medidas pertinentes para asegurarse de que es capaz de producir, y de que produce efectivamente, datos con el nivel necesario de calidad. Dichas medidas comprenden:

- utilización de métodos de análisis validados
- utilización de procedimientos internos de control de calidad
- obtención de la certificación según una norma internacional, habitualmente ISO/IEC 17025.

Cabe resaltar que la certificación ISO/IEC 17025 concierne específicamente al establecimiento de la trazabilidad de las mediciones, al tiempo que fija un conjunto de otros requisitos técnicos y de gestión que incluyen todos los indicados anteriormente.<sup>1</sup>

---

<sup>1</sup>RECOMENDACIONES ARMONIZADAS PARA LA VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS EN UN SOLO LABORATORIO (informe técnico). [Online]. [Citado, 26 de noviembre 2006] Disponible en internet :< [http://news.reseau-concept.net/images/oiv\\_es/Client/Resolution\\_OENO\\_ES\\_2005\\_08.pdf](http://news.reseau-concept.net/images/oiv_es/Client/Resolution_OENO_ES_2005_08.pdf)>

## 4.2 DESCRIPCION DEL LABORATORIO

El laboratorio de Control de Calidad de agua potable de las Empresas Públicas de Armenia E.S.P está centrado en brindar confiabilidad en la realización de análisis fisicoquímicos, bacteriológicos al igual que la entrega de resultados. La efectividad de estos procesos se obtiene por medio de la estandarización, el cuidado, las capacidades y el buen juicio de los analistas y todo el personal de laboratorio. Ya que dicho personal manipula sustancias químicas, bacteriológicas que podrían llegar afectar al medio ambiente si no se tiene en cuenta su manipulación.

El laboratorio de Control de Calidad está dividido en dos unidades operativas:

- Unidad de bacteriología: Determinación de Mesófilos, Coliformes totales, coliformes fecales. Este procedimiento se realiza todos los días en agua cruda y tratada, se incuba durante 24 horas y se determina el crecimiento o no de colonias bacterianas.
- Unidad de análisis físico-químico: Almacenamiento de reactivos, Elaboración de soluciones, análisis volumétricos (alcalinidad, acidez, cloruros, dureza, calcio), y análisis en el espectrofotómetro (aluminio, hierro, fosfatos, nitritos) entre otros.

Al formar parte importante el sistema de gestión calidad, el laboratorio de control de calidad debe asegurarse de que los análisis y resultados determinados en el mismo cuente con la suficiente confiabilidad y precisión de los casos. Por ello se hace importante la calibración del material volumétrico del cual se dispone para las mediciones requeridas para la validación y así minimizar el error en los resultados que en el proceso de análisis se pueden ver afectados por diversas razones.

Mediante la calibración se permite descubrir problemas en los materiales e instrumentos antes de que afecten la calidad del proceso.

### **4.3 CALIBRACIÓN**

La calibración es un conjunto de operaciones que permite establecer si un equipo de medición se encuentra dentro del rango de errores máximos tolerados, definidos por la normatividad nacional vigente. El resultado de la calibración conlleva a la emisión de un certificado de calibración y la colocación de una estampilla en el equipo que se encuentre dentro de tolerancia o a la emisión de un informe de calibración para equipos cuyos errores son mayores a los máximos permisibles.<sup>2</sup>

### **4.4 MATERIAL VOLUMÉTRICO**

El material de laboratorio que se utiliza para la medida de los volúmenes de los líquidos está constituido por balones volumétricos, pipetas, buretas y probetas. Todos estos aparatos están diseñados de forma que un pequeño incremento del volumen del líquido que contienen dé lugar a una variación grande en el nivel de dicho líquido. La superficie interna del material utilizado para verter un volumen medido de líquido (buretas y pipetas) debe estar perfectamente limpia de forma que la película de líquido no se interrumpa cuando el líquido vierte; una solución de jabón detergente es normalmente adecuada para la limpieza<sup>3</sup>, pero si esta no es suficiente se recomienda llenar el recipiente con una de las siguientes mezclas

---

<sup>2</sup> LAB.ICOB (Laboratorio de metrología, masa y balanzas), [Online]. [Citado 2 diciembre 2006]. disponible en Internet: <<http://www.metrologia.net/basculasJ3alanzas.ntm>>

- a) Mezcla de partes iguales de una solución saturada de dicromato potásico y ácido sulfúrico concentrado.
- b) Mezcla de partes iguales de una solución de 30 g/L de permanganato de Potasio y una solución de 1 M de hidróxido de sodio.

Después el recipiente se lava varias veces con agua destilada.<sup>3</sup>

El vidrio es adecuado para la fabricación de material volumétrico ya que se distingue por su muy buena resistencia química frente al agua, soluciones salinas, ácidos, bases y disolventes orgánicos, sobrepasando en este aspecto a la mayoría de los plásticos. Únicamente es atacado por ácido fluorhídrico y, a elevadas temperaturas, por bases fuertes y ácido fosfórico concentrado. Otras ventajas del vidrio son la estabilidad de la forma, incluso a altas temperaturas y su alta transparencia.

Para el material de laboratorio se dispone de varios tipos de vidrios con diferentes propiedades como son:

- Vidrio de soda-cal. Es adecuado para productos que usualmente solo tienen que resistir esfuerzos químicos por corto tiempo y no deben soportar cargas térmicas altas.

---

<sup>3</sup> AIRE, Gilbert H. Análisis Químico Cuantitativo. 2 ed. Universidad de Texas: Austin, 1970. P.267-268

- Vidrio Borosilicato. Se utiliza para campos de aplicación en los que junto a una muy buena resistencia química se exija una muy alta resistencia al calor y a los cambios de temperatura, así como una alta resistencia mecánica.<sup>4</sup>

Todo el material volumétrico está calibrado a una temperatura especificada, 20°C, y para utilizarse de una forma determinada. A causa de la modificación del volumen de los líquidos y del vidrio con los cambios de temperatura, los recipientes volumétricos se deben volver a calibrar cuando vayan a utilizarse a temperaturas muy diferentes de aquella para la que fueron calibrados. La calibración hecha por el fabricante no debe tomarse por infalible, sino que debe ensayarse para tener la seguridad de que la graduación está dentro de las tolerancias exigidas para el trabajo a realizar. Aunque los fabricantes pongan gran cuidado en la calibración, está implicado un elemento humano y pueden cometerse errores.<sup>5</sup>

## 4.5 DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO

### 4.5.1 Pipetas aforadas (de un solo trazo)

Figura 1. Pipeta aforada.



Fuente: BRAND. Catálogo general

---

<sup>4</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Material de vidrio para laboratorio. Material volumétrico de vidrio. Métodos de uso y medición de la capacidad. Bogotá: ICONTEC, 1985. 12p.: il. (NTC 2454).

<sup>5</sup> BRAND. Catálogo general: instrumentos para laboratorio, s.p.i, 252 p.

**4.5.1.1** Clasificación. Las pipetas se clasifican de acuerdo con la precisión así:

- Clase A. Material de mayor precisión.
  
- Clase B. Material de menor precisión.

**4.5.1.2** Condiciones Generales.

- Las pipetas aforadas se construyen de vidrio con propiedades químicas y térmicas adecuadas y deben estar exentas de defectos visibles y libres de tensiones.
  
- La boca de la pipeta es el extremo superior del tubo de succión la cual debe estar exenta de defectos que puedan afectar el ajuste preciso del menisco con ayuda del dedo.
  
- La pipeta termina en su parte inferior por un tubo de salida con conicidad regular la cual no debe tener ningún estrechamiento del orificio. La punta es lisa, perpendicular al eje y ligeramente biselada en su borde exterior. Alternativamente, puede ser pulido a la llama.

**4.5.1.3** Rotulado. Las pipetas llevan como mínimo la siguiente información.

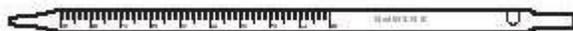
- a) Capacidad nominal en unidades del Sistema Internacional.
  
- b) Temperatura de referencia en unidades del Sistema Internacional.
  
- c) La abreviatura "Ex" que indica que la pipeta ha sido calibrada para vaciar la capacidad indicada.
  
- d) La inscripción "A" o "B" que indica la clase de precisión de la pipeta.

e) Nombre del fabricante o marca registrada.

f) Adicionalmente, para las pipetas de la clase A, deberá indicarse el número de identificación.<sup>6</sup>

#### 4.5.2 PIPETAS GRADUADAS

Figura 2. Pipeta graduada



Fuente BRAND

**4.5.2.1** Clasificación. De acuerdo a la precisión de las pipetas son de dos clases:

- Clase A, para material de mayor precisión
- Clase B, para material de menor precisión

**4.5.2.2** Tipos de pipetas:

- Pipetas Tipo 1. Son aquellas ajustadas para verter un líquido desde el trazo cero hasta la parte superior de cualquier línea de graduación; la capacidad nominal está representada por el trazo inferior. No requieren un tiempo específico de espera.

---

<sup>6</sup> AIREs, Op.cit., p.268

- Pipetas Tipo 2. Ajustadas para verter un líquido desde cualquier trazo hasta la punta; la capacidad nominal está representada por el trazo superior. Estas pipetas no requieren un tiempo específico de espera.
- Pipetas Tipo 3. Son pipetas ajustadas para verter un líquido desde el trazo cero hasta la parte superior de cualquier línea de graduación; la capacidad nominal se obtiene por el vertido hasta la punta. Las pipetas clase A de este tipo tienen especificado un tiempo de espera de 15 segundos, las de clase B no requieren un tiempo específico de espera.

#### **4.5.2.3 Construcción**

- Material. Las pipetas graduadas son construidas de vidrio con propiedades químicas y térmicas adecuadas. Deben estar exentas de defectos visibles y libres de tensiones.
- Boca de la pipeta. Es el extremo superior del tubo de succión y es perpendicular a su eje, no debe poseer defectos que puedan afectar el ajuste preciso del menisco con ayuda del dedo. Puede estar ligeramente pulido a la llama o tener un fino bisel exterior esmerilado.
- Tubo de salida. Es de conicidad regular, no debe tener ningún estrechamiento del orificio que dé lugar a un efluente turbulento. La punta es lisa, perpendicular al eje y terminada por alguno de los siguientes métodos:
  - a) Perpendicular al eje, ligeramente biselada en su borde exterior y pulida al fuego.

- b) Perpendicular al eje, ligeramente biselada en su borde exterior.
  - c) Cortada perpendicular al eje y pulida al fuego.
- Tiempo de vertido. Está definido como el tiempo gastado por el libre descenso de un menisco de agua desde el trazo superior hasta:
- a) La línea de graduación inferior, en el caso de pipetas tipo 1.
  - b) El punto en el cual el menisco queda inmóvil en la punta, en el caso de los otros tipos de pipetas.<sup>7</sup>

### 4.5.3 BURETA DIGITAL

Figura 3. Bureta digital.



Fuente; BRAND. Catálogo general.

---

<sup>7</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Metrología. Material de vidrio para el laboratorio. Pipetas aforadas (de un solo trazo). Bogotá: ICONTE, 1985. 8p.:(NTC 2052)

- Limitaciones de uso. La buretas digital III (Brand) sirven para valorar considerando las siguientes limitaciones.
  - a) 15 a 40 °C para el aparato y el reactivo.
  - b) Es adecuada para soluciones acuosas y soluciones no acuosas hasta 2N.
  - c) No es resistente a la esterilización por vapor.
  - d) No es adecuada con ácidos fumantes y bases de elevada concentración.<sup>8</sup>
- Datos técnicos.

**Tabla # 1.** Datos técnicos de las buretas digitales.

Volumen ml	Resolución ml	Error ml	Coefficiente de Variación %
25	0.01	0.05	0.1
50	0.01	0.1	0.1

Fuente: BRAND. Catalogo general

#### 4.5.4 VALIDACIÓN DE MÉTODOS QUÍMICOS

El objetivo de la validación es probar la aptitud de los métodos, así como la capacidad del personal y el laboratorio. La validación se apoya en los parámetros estadísticos del procedimiento.

---

<sup>8</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Metrología. Material de vidrio para el laboratorio. Pipetas graduadas Bogotá: ICONTE, 1986. 13p.: (NTC 2201)

#### **4.5.4.1 Validación del método**

En química analítica es de gran importancia reportar resultados confiables, para lo cual es necesario establecer el proceso de validación de los métodos aplicados en el laboratorio.

Dicho proceso de validación consiste en demostrar estadísticamente que el método es adecuado para un propósito determinado, debido a que posee un alto grado de confiabilidad, que puede ser aplicado a un amplio número de muestras y matrices, además de ser práctico en relación al costo y al tiempo requerido en el análisis.

Entre los parámetros generalmente empleados en la validación de un método analítico se consideran: precisión, exactitud, límite de detección.<sup>9</sup>

#### **4.5.4.2 Precisión**

La precisión hace referencia al grado de concordancia entre los resultados obtenidos cuando el método se aplica repetidamente a diferentes preparaciones de una misma muestra homogénea. Puede ser caracterizada por la repetibilidad y la precisión intermedia. Se evalúa por la desviación estándar y el coeficiente de variación.

- Repetibilidad: hace referencia a la concordancia entre los resultados obtenidos con el mismo método, bajo las mismas condiciones (mismo experimentador, instrumentos, reactivos, laboratorio, día), en muestras idénticas.

---

<sup>9</sup> BRAND, Op. Cit, p 30

- **Precisión intermedia:** evalúa la concordancia entre resultados independientes obtenidos por el mismo experimentador, utilizando el mismo método de análisis, en diferentes días, en el mismo laboratorio y empleando el mismo instrumento o, haciendo alguna variación en el método de análisis, en el instrumento, en el laboratorio o incluso cambiando el experimentador.

#### **4.5.4.3 Exactitud**

Es la diferencia entre un valor aceptado como verdadero y el valor encontrado experimentalmente. El valor aceptado como verdadero puede ser obtenido de diferentes formas. Una es comparando los resultados con un método que se ha establecido como referencia; en esta aproximación se asume que la incertidumbre del método de referencia es conocida.<sup>10</sup>

#### **4.5.4.4 Reactivos**

Aunque los catálogos de las casas fabricantes incluyen varias categorías y referencias de acuerdo con la pureza y necesidades de cada laboratorio y cada procedimiento particular, para efecto sólo se tienen en cuenta tres grados:

##### **a) Reactivos grado técnico:**

Constituyen aquellas sustancias utilizables en operaciones auxiliares y de cuya reacción química no dependen los resultados analíticos. Es el caso por ejemplo

---

<sup>10</sup> Establecimiento De Una Metodología Analítica Para La Determinación De Nitratos Y Nitrógeno Orgánico En Agua Superficial Por El Método De Electrodo De Ión Selectivo. [Online]. [Citado 9 agosto 2006]. Disponible en internet: <http://www.quimica.unal.edu.co/departamento/trabajos/pdf/Rodriguez%20Ariza%20Yolby%20Milena.pdf#search=%22ESTABLECIMIENTO%20DE%20UNA%20METODOLOG%C3%8DA%20ANAL%C3%8DTICA%20PARA%20LA%22>. [Online]. [Citado 2006].

del ácido sulfúrico y del dicromato de sodio o de potasio, destinados a la preparación de la mezcla sulfocrómica para la limpieza del material de vidrio.

#### **b) Reactivos grado analítico**

Son todos aquellos empleados directamente en la ejecución de los análisis ya sea como reaccionantes, indicadores o catalizadores. Desde luego es de suma importancia consultar las tablas de impurezas en el rótulo de cada reactivo, con el objeto de aplicar las correcciones necesarias si es el caso.

#### **c) Reactivos certificados**

Pertencen a este grupo las sustancias químicas que por su extrema pureza y certificación de análisis individual, se consideran las más apropiadas para la normalización de soluciones analíticas, como por ejemplo el ftalato ácido de potasio utilizado en la titulación del hidróxido de sodio o el carbonato de sodio con el cual se valora el ácido sulfúrico.

#### **4.5.4.5 Tipos usuales de agua para reactivos.**

Como uno de los principales aspectos para tener en cuenta un laboratorio de análisis, está la preparación o consecución de agua calidad reactivo indispensable para la elaboración de soluciones analíticas, dilución de muestras y fijación de "blancos" para análisis.

En términos generales este requisito lo cumplen las aguas destiladas o desmineralizadas en las cuales no se deben detectar la presencia del elemento o elementos que se pretenden analizar, dentro del límite de precisión del método analítico utilizado.

a) Agua destilada: Prepárese agua de calidad para reactivos mediante destilación. La calidad del agua destilada depende del tipo de alambique y de la calidad del agua de partida. Como agua de partida es preferible el agua desionizada. Los sistemas comerciales de purificación a base de resinas permiten obtener agua de calidad equivalente o incluso superior para determinadas aplicaciones. Verifíquese la adecuación del agua destilada o equivalente, para cada análisis concreto, incluyendo la ausencia de niveles de interferencia significativos y del constituyente que se determina.

b) Agua destilada exenta de dióxido de carbono: Ha de prepararse en el momento de su empleo mediante ebullición de agua destilada durante 15 minutos y enfriamiento rápido a temperatura ambiente. Para evitar la entrada de CO<sub>2</sub> durante el enfriamiento y la conservación, empléese un tubo que contenga cal de soda o un preparado comercial que elimine el CO<sub>2</sub>.

c) Agua desionizada: Prepárese redestilando agua destilada procedente de un destilador de vidrio de borosilicato o cuarzo.

d) Agua desionizada destilada: Hágase pasar lentamente agua destilada por una columna de tubo de vidrio de 25 cm de longitud (y de 1 a 2,5 cm de diámetro) cargada con dos partes por volumen de una resina de intercambio aniónico en forma hidroxilada fuertemente básica y una parte por volumen de otra resina de intercambio catiónico en forma hidrogenada fuertemente acida. Empléense resinas de intercambio iónico de calidad apropiada para trabajo analítico.<sup>11</sup>

---

<sup>11</sup> STANDAR METHODS for the examination of wastewater American public health association, American water works association; water pollution control federation 20 Ed 98.

## 4.6 PARÁMETROS FISICOQUÍMICOS

### 4.6.1 ALCALINIDAD

La alcalinidad del agua es la medida de su capacidad para neutralizar ácidos, como su capacidad para reaccionar con iones hidrógeno, como su capacidad para aceptar protones o como la medida de su contenido total de sustancias alcalinas ( $\text{OH}^-$ ).

La alcalinidad de las aguas naturales se debe primariamente a las sales de ácidos débiles, aunque las bases débiles o fuertes también pueden contribuir.

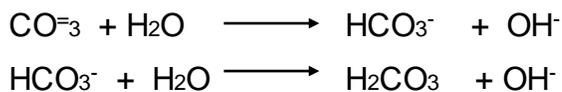
En aguas naturales, la alcalinidad es causada por tres grandes grupos que pueden ser clasificados de acuerdo con sus altos valores de pH como sigue:

1. Hidróxido
2. Carbonatos
3. Bicarbonatos

La alcalinidad del agua se determina por titulación con ácido sulfúrico 0.02N y se expresa como mg/ L de carbonato de calcio, equivalente a la alcalinidad determinada.

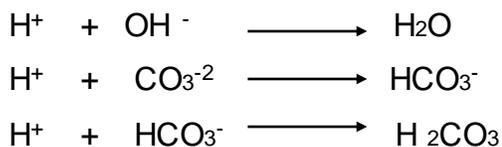
Los iones  $\text{H}^+$  procedentes de la solución 0.02 N de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  neutralizan los iones  $\text{OH}^-$  libres y los disociados por concepto de la hidrólisis de carbonatos y bicarbonatos.

Las reacciones de la hidrolización son las siguientes:



La titulación se efectúa en dos etapas sucesivas, definidas por los puntos de equivalencia para los bicarbonatos y el ácido carbónico, los cuales se indican electrométricamente o por medio de indicadores.

En la titulación con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.02 N, los iones hidrógeno del ácido reaccionan con la alcalinidad de acuerdo con las siguientes ecuaciones:



La fenolftaleína y el metil naranja o el metacresol púrpura y el bromocresol verde son los indicadores usados para la determinación de la alcalinidad. La fenolftaleína da un color rosado a pH mayores de 8.3 y vira a incolora por valores de pH menores de 8.3; el metil naranja es de color amarillo en presencia de la formas de alcalinidad, o sea a pH mayor de 4.5, y vira a color naranja en condiciones ácidas; el metacresol púrpura cambia de color a pH 8.3 y el bromocresol verde lo hace a pH 4.5.

#### **4.6.2 ACIDEZ**

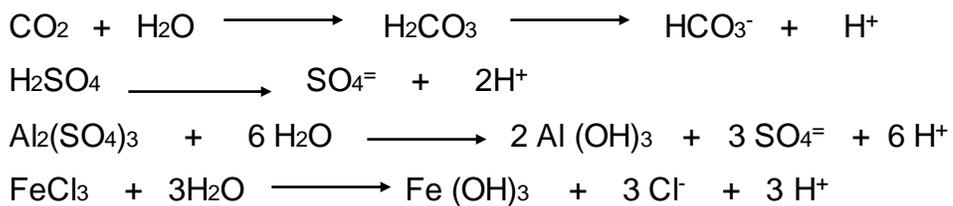
La acidez de un agua puede definirse como su capacidad para neutralizar bases, como su capacidad para reaccionar con iones hidróxido, como su capacidad para ceder protones o como la medida de su contenido total de sustancias ácidas.

La acidez se expresa en mg/L como  $\text{CaCO}_3$ .

La determinación de acidez es de importancia debido a las características corrosivas de las aguas ácidas. El factor de corrosión en la mayor parte de las aguas es el  $\text{CO}_2$ , especialmente cuando está acompañado de oxígeno, pero en residuos industriales es la acidez mineral. El contenido de  $\text{CO}_2$  es, también, un

factor fundamental para la estimación de la dosis de cal y soda en el ablandamiento de aguas duras.

En aguas naturales la acidez puede ser producida por el CO<sub>2</sub>; por la presencia de iones H<sup>+</sup> libres; por la presencia de acidez mineral proveniente de ácidos fuertes como el sulfúrico, nítrico, clorhídrico, etc., y por la hidrolización de sales de ácido fuerte y base débil. Algunas de las reacciones que causan lo anteriormente mencionado son las siguientes:

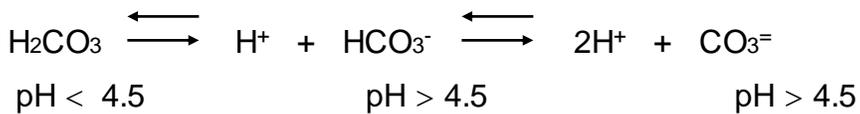


La causa mas común de acidez en las aguas es el CO<sub>2</sub>, el cual puede estar disuelto en el agua como resultado de las reacciones de los coagulantes químicos usados en el tratamiento de la oxidación de la materia orgánica, o por disolución del dióxido de carbono atmosférico.

El CO<sub>2</sub> se combina con el agua para formar un ácido débil, inestable, ácido carbónico o H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, el cual se descompone fácilmente. Por ello todo el CO<sub>2</sub> aun el combinado, se considera CO<sub>2</sub> libre.

El CO<sub>2</sub> en el agua forma H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, el cual se ioniza como HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> y CO<sub>3</sub><sup>=</sup>; la parte que no reacciona ejerce una presión gaseosa. A pH menor de 4.5 todo el CO<sub>2</sub> disuelto es CO<sub>2</sub> gaseoso; a pH mayor de 4.5 todo el CO<sub>2</sub> está ionizado. Se define como CO<sub>2</sub> total todo el CO<sub>2</sub> en solución en la forma de CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> y CO<sub>3</sub><sup>=</sup>. Se define como CO<sub>2</sub> libre todo el CO<sub>2</sub> en solución en la forma de CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, o sea el que reacciona con NaOH para formar NaHCO<sub>3</sub>, tomando como punto final de titulación el indicado por un valor de pH igual a 8.3

Resumiendo:



La acidez se titula mediante la adición de iones  $\text{OH}^-$  provenientes de una solución de  $\text{NaOH}$  0.02 N. Puede considerarse que la reacción involucrada en la neutralización, para el caso del  $\text{CO}_2$ , ocurre en dos etapas:



Globalmente:



Las reacciones anteriores indican por qué es importante que el reactivo de  $\text{NaOH}$  esté libre de carbonato de sodio.

### 4.6.3 DUREZA

Como aguas duras se consideran aquellas que requieren grandes cantidades de jabón para generar espuma y producen incrustaciones en las tuberías de agua caliente, calentadores, calderas y otras unidades en las cuales se incrementa la temperatura del agua.

La dureza se expresa en mg/L como  $\text{CaCO}_3$

En la práctica, se considera que la dureza es causada por iones metálicos divalentes, capaces de reaccionar con el jabón para formar precipitados y con ciertos aniones presentes en el agua para formar incrustaciones.

Desde el punto de vista sanitario, las aguas duras son tan satisfactorias para el consumo humano como las aguas blandas; sin embargo un agua dura requiere de demasiado jabón para la formación de espuma y crea problemas de lavado; además deposita lodo e incrustaciones sobre las superficies con las cuales entra en contacto, así como en los recipientes, calderas o calentadores en los cuales se calienta.

El valor de la dureza determina, por tanto, su conveniencia para su uso doméstico e industrial y la necesidad de un proceso de ablandamiento.

En la mayor parte de las aguas se considera que la dureza total es aproximadamente igual a la dureza producida por los iones calcio y magnesio, es decir:

Dureza total = Dureza por calcio + dureza por magnesio

**Dureza carbonácea:** En aguas naturales, los bicarbonatos son la principal forma de alcalinidad; por tanto, la parte de la dureza total químicamente equivalente a los bicarbonatos presentes en el agua es considerada como la dureza carbonácea, es decir:

Alcalinidad (mg/L) = Dureza carbonácea (mg/L)

Pueden presentarse dos casos:

- Cuando la alcalinidad es menor que la dureza total; entonces:

Dureza carbonácea (mg/L) = Alcalinidad (mg/L)

- Cuando la alcalinidad es mayor o igual a la dureza total, entonces;

$$\text{Dureza carbonácea (mg/L)} = (\text{mg/L})$$

**Dureza no carbonácea:** Se considera no carbonácea toda dureza que no esté químicamente relacionada con los bicarbonatos. Es decir:

$$\text{Dureza no carbonácea} = \text{Dureza total} - \text{alcalinidad}$$

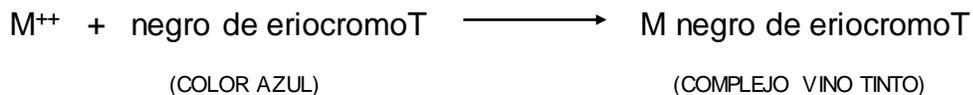
La dureza no carbonácea incluye principalmente sulfatos, cloruros y nitratos de calcio y magnesio.

El método que se utiliza para determinar dureza es con EDTA, este método supone el uso de ácido etilendiaminotetraacético o de sus sales de sodio como agente titulador. Dichas soluciones forman “iones complejos solubles “ con el calcio, magnesio y otros iones causantes de la dureza.

La reacción puede presentarse así:



El colorante Negro de Eriocromo T, sirve para indicar cuándo todos los iones calcio y magnesio han formado complejo con EDTA. Cuando se añade una pequeña cantidad de negro de eriocromo T, color azul, a un agua dura con pH 10.0 , el indicador se combina con algunos iones  $Ca^{++}$  y  $Mg^{++}$  para formar un ión complejo débil de color vino tinto. Es decir:



Durante la titulación con EDTA, todos los iones  $Ca^{++}$  y  $Mg^{++}$  ( $M^{++}$ ) libres forman complejos; finalmente el EDTA descompone el complejo débil vino tinto para formar un complejo mas estable con los iones que causan la dureza.

Esta acción libera el indicador negro de eriocromo T y la solución pasa de color vinotinto a color azul, lo cual indica el punto final de la titulación. La reacción puede presentarse así:



#### 4.6.4 CALCIO

El calcio es el 5º elemento en orden de abundancia en la corteza terrestre, su presencia en las aguas naturales se debe al su paso sobre depósitos de piedra caliza, yeso y dolomita. La cantidad de calcio puede variar desde cero hasta varios cientos de mg/l, dependiendo de la fuente y del tratamiento del agua. Las aguas que contienen cantidades altas de calcio y de magnesio, se les da el nombre de "aguas duras".

Concentraciones bajas de carbonato de calcio, previenen la corrosión de las tuberías metálicas, produciendo una capa delgada protectora. Cantidades elevadas de sales de calcio, se descomponen al ser calentadas, produciendo incrustaciones dañinas en calderas, calentadores, tuberías y utensilios de cocina; también interfieren con los procesos de lavado doméstico e industrial, ya que reaccionan con los jabones, produciendo jabones de calcio insolubles, que precipitan y se depositan en las fibras, tinajas, regaderas, etc. Es de interés que se consulte el tema de " Saturación y estabilidad con respecto al carbonato de sodio. Por medio de tratamientos químicos o por intercambios iónicos, se puede reducir la cantidad de calcio y los iones asociados a la dureza, hasta niveles tolerables.

## Campo de aplicación

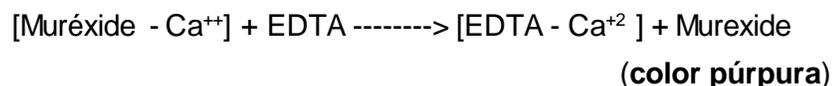
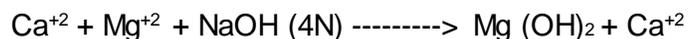
Este método es aplicable a la determinación de Calcio en aguas de apariencia clara, su límite inferior de detección es de 2 a 5 mg/l como CaCO<sub>3</sub>, su límite superior, puede extenderse a cualquier concentración, diluyendo la muestra.

## Principios

Cuando se añade a una muestra de agua, ácido etilendiaminotetracético (EDTA) o su sal, los iones de Calcio y Magnesio que contiene el agua se combinan con el EDTA. Se puede determinar calcio en forma directa, añadiendo NaOH para elevar el pH de la muestra entre 12 y 13 unidades, para que el magnesio precipite como hidróxido y no interfiera, se usa además, un indicador que se combine solamente con el calcio.

En el análisis de calcio la muestra es tratada con NaOH 4N. para obtener un pH de entre 12 y 13, lo que produce la precipitación del magnesio en forma de Mg(OH)<sub>2</sub>. Enseguida se agrega el indicador muréxida que forma un complejo de **color rosa** con el ión calcio y se procede a titular con solución de EDTA hasta la aparición de un complejo **color púrpura**:

Reacciones:



Las siguientes concentraciones de iones no causan interferencias en este método:

- Cobre, 2 mg/l; ión ferroso, 20 mg/l; ión férrico, 20 mg/l; manganeso, 10 mg/l;
- zinc, 5 mg/l; plomo, 5 mg/l; aluminio, 5 mg/l; estaño, 5 mg/l.
- Los ortofosfatos, precipitarán al calcio al pH de la prueba.
- Estroncio y Bario interfieren.<sup>12</sup>

#### **4.6.5 CLORUROS**

El ión cloruro es una de las especies de cloro de importancia en aguas.

Los cloruros aparecen en todas las aguas naturales en concentraciones que varían ampliamente. En las aguas de mar el nivel de cloruros es muy alto, en promedio de 19.000 mg/ L; constituyen el anión predominante. En aguas superficiales, sin embargo, su contenido es generalmente menor que el de los bicarbonatos y sulfatos.

Muchos residuos industriales contienen cantidades apreciables de cloruros, los que en concentraciones razonables no son peligrosos para la salud y son un elemento esencial para las plantas y los animales. En concentraciones por encima de 250 mg/ L producen un sabor salado en el agua, el cual es rechazado por el consumidor; para consumo humano el contenido de cloruros se limita a 250 mg/L, pero, hay áreas donde se consumen aguas con 2000mg/ L de cloruros, sin efectos adversos, gracias a la adaptación del organismo.

---

<sup>12</sup> Standard methods for the examination of water and waste water Método 3500 Ca-D 1998. [Online]. [Citado 15 Enero 2006]. Disponible en internet: <http://members.tripod.com/Arturobola/calcio.htm>



## 5. METODOLOGÍA

### 5.1 Montaje de la metodología

La preparación de los reactivos y estándares de las diferentes concentraciones requeridos en el desarrollo de la metodología, se realizó siguiendo los procedimientos de control y almacenamiento establecidos por el sistema de gestión de calidad.

Durante el proceso de validación se utilizaron patrones certificados para realizar la preparación de las soluciones estándar que sirvieron como muestras analíticas.

En cada uno de los casos se preparó el conjunto de muestras, patrones, blancos de reactivos con el fin de obtener la información completa sobre el desarrollo de la técnica bajo las condiciones establecidas. Las muestras fueron preparadas, preservadas y almacenadas de acuerdo a lineamientos establecidos para dicho fin.

### 5.2 EQUIPOS

- Balanza Analítica (METTLER AJ-50, carga máxima: 150 g). Se utilizó en el ensayo de pesaje para la calibración de las pipetas aforadas, pipetas graduadas y bureta digital de 25 mL; además para el pesaje de los estándares químicos- analíticos y de sistemas indicadores visuales.
- Balanza de Precisión (OHAUS TP 600 S). Se utilizó en la calibración de los balones volumétricos y las probetas graduadas de 100 mL, debido a que estos recipientes con el volumen de agua contenido superan la carga máxima de la balanza analítica.

- Termómetro digital (TEMP 6 PT 100). Se utilizó en todas las medidas de temperatura, realizadas en la calibración de todo el material.

### 5.2.1 Material Calibrado

Material	Capacidad nominal (mL)	Cantidad
Pipetas aforadas	2	2
	10	2
	20	2
	25	2
	50	2
	100	1
Pipeta graduada	5	1
Bureta digital	25	1

### 5.3 CONSIDERACIONES GENERALES

Al trabajar con vidrio es importante tener en cuenta las limitaciones de este material frente a cambios de temperatura por las variaciones que ésta ocasiona en la capacidad del recipiente debido a la expansión térmica; también una mala limpieza de la superficie interna del recipiente puede causar error en la determinación del volumen contenido o vertido por motivo de un menisco malformado, o por la distribución irregular o incompleta de la película de líquido en las paredes.<sup>13</sup>

<sup>13</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Metrología. Material de vidrio para el laboratorio. Material volumétrico de vidrio. Métodos de uso y medición de la capacidad. Op.cit 4,5.

- Secado: El material se secó utilizando etanol y pasando una corriente de aire.
- Limpieza. Para lavar el material se utilizó detergente neutro marca MOL LAB. No fue necesario el uso de la mezcla 1:1 de solución saturada de  $K_2Cr_2O_7$  y  $H_2SO_4$  concentrado, o de mezcla 1:1 de solución de 30 g/L de  $KMnO_4$  y  $NaOH$  1M, sustancias recomendadas por la NTC 2454 para la limpieza del material cuando el lavado con detergente es ineficaz.
- Medida de Temperatura. La temperatura se midió con el termómetro insertado en el recipiente lleno después de ser pesado.
- Pesaje. Antes de iniciar cada ensayo se aseguró que la burbuja de aceite de la balanza se encontrara dentro del círculo indicador de correcta posición. Se utilizaron guantes de algodón para la manipulación de los recipientes pesados. Se tuvo en cuenta la prontitud y cuidados al realizar el pesaje para evitar las pérdidas por evaporación.

## **5.4 PROCEDIMIENTO**

**5.4.1** Balanzas. Las balanzas fueron calibradas por el laboratorio de Metrología DETECTO DE COLOMBIA LTDA-, el cual expidió un certificado de calibración, documento con el que se demuestra la confiabilidad de los datos obtenidos en los ensayos de pesaje para la calibración del material volumétrico.

**5.4.2** Pipetas aforadas. Las pipetas aforadas se ensayan mediante pesada del agua que vierten así:

- Se coloca la pipeta en posición vertical y se llena con agua destilada a temperatura ambiente hasta un nivel situado a algunos milímetros por

encima de la línea de graduación retirando cualquier gota que se adhiera a la punta.

- El menisco se ajusta de forma que el plano horizontal que pasa por el borde superior de la línea de graduación sea tangente al punto inferior más bajo del menisco (a), también puede ajustarse de tal forma que el plano horizontal del centro de la línea de graduación sea tangente al punto más bajo del menisco (b).
- Cualquier gota que quede adherida a la punta de la pipeta debe eliminarse poniendo la punta en contacto con un recipiente de vidrio.
- El vertido de la pipeta se realiza colocándola verticalmente contra un recipiente de vidrio ligeramente inclinado de forma que la punta de la pipeta esté en contacto con la pared interior del recipiente, pero sin deslizar la pipeta por el recipiente durante el tiempo de vertido y el tiempo de espera. El traspaso al recipiente con peso tarado se debe hacer con el flujo no restringido.
- La pipeta debe vaciarse hasta que el menisco se inmovilice en la punta. Para asegurar un vertido completo debe esperarse aproximadamente 3 segundos antes de retirar la pipeta del recipiente en el caso de que no se defina un tiempo de espera .no debe soplarse para expulsar el agua residual de la punta de la pipeta <sup>14</sup>
- Se registran los valores de masa y temperatura,
- El procedimiento se repite de 6 a 10 veces por cada réplica; como mínimo deben hacerse 3 a 5 réplicas con el fin de obtener datos representativos y mayor confiabilidad en los resultados.

---

<sup>14</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Metrología. Material de vidrio para el laboratorio. Pipetas aforadas (de un solo trazo). Bogotá: ICONTE, 1985. 5,6p.:(NTC 2052).

#### 5.4.3 Pipetas graduadas. Se ensayan mediante pesada del agua que vierten.

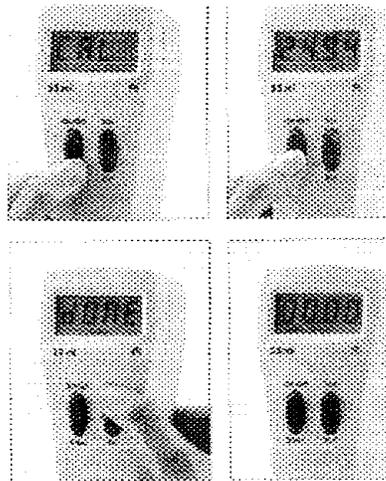
- La pipeta limpia se coloca en posición vertical y se llena con agua destilada hasta un nivel situado a algunos milímetros por encima del trazo cero; la parte inferior del menisco debe quedar tangente a dicho trazo.
- Se debe retirar cualquier gota adherida al tubo de salida de la pipeta, esto se logra poniendo en contacto la superficie de un recipiente de vidrio en la punta de dicho tubo.
- El vertido de la pipeta se realiza colocándola verticalmente, contra otro recipiente de vidrio ligeramente inclinado de forma que la punta de la pipeta esté en contacto con la pared interior del recipiente, pero sin deslizar la pipeta por el recipiente durante del tiempo de vertido.
- La pipeta es vaciada desde el trazo cero hasta la línea de graduación especificada o, en el caso de la capacidad total vertida, hasta la punta. El flujo se empieza a restringir hasta que el extremo inferior del menisco sea tangente a la línea de graduación, y no se permite que transcurra ningún período para que drene líquido adherido a las paredes antes del ajuste final.
- Al terminar el vertido en el caso de verter la capacidad total se completa un tiempo de espera de 3 segundos antes de retirar la pipeta del recipiente.
- Se registran los valores de masa y temperatura
- Se realiza el mismo procedimiento de 6 a 10 veces para cada línea de graduación que se esté ensayando (a la que se desea conocer la capacidad).

**5.4.4** Buretas digitales. Se ensayan mediante pesada del volumen nominal vertido. El mecanismo de funcionamiento de las buretas digitales hace el ensayo más fácil y rápido al no poseer menisco ni divisiones, sino un display donde se muestra el volumen consumido, tampoco necesita un tiempo de espera para tomar una lectura.

- El recipiente contenedor se llena con agua destilada.
- La bureta se llena oprimiendo la tecla de función en dirección "Fill" y girando el volante hacia arriba.
- Para el vertido se oprime la tecla de función en dirección "Titr." Y se gira el volante hacia abajo.
- Para el ajuste del punto cero se oprime "Clear".
- Se vierte agua sin sacudidas hasta que el display muestre el volumen nominal, es decir 25 ml.
- Se registra el valor de masa y temperatura.
- El proceso se repite por lo menos 10 veces.
- Los valores de peso se pasan a volumen con las correcciones debidas y se saca el volumen medio (la media).
- Se oprime la tecla "Clear" hasta que aparezca < CAL > en el display. El calibrado básico es de 25 mL.
- Si el valor real determinado es menor que 25 mL, se oprime la tecla "Clear" varias veces, hasta que se indique éste valor, o "On/Off" si el volumen determinado es mayor de 25 mL.

- Se confirma el dato introducido oprimiendo la tecla "Titr". En el display aparece durante un breve momento <DONE>.
- Después del ajuste no se necesita un calibrado de control.<sup>15</sup>

Figura 4. Ajuste de la bureta digital.



Fuente: BRAND. Catálogo general

## 5.5 MANEJO DE DATOS

El manejo de datos empieza por la determinación de la incertidumbre en el pesaje, a través de una fórmula proporcionada por el laboratorio de Metrología DETECTO DE COLOMBIA LTDA. Cuya función lineal de incertidumbre expandida es:

$$U=U_0+b_{mwi}$$

---

<sup>15</sup> BRAND. Catálogo general, O.cit 27,28p

Donde:

U= Incertidumbre Expandida

$$U_0=2.0817*10^{-4}$$

$$b= 6.4249*10^{-6}$$

mwi= Valor arrojado por la balanza.

Entonces:

$$U= 2.0817*10^{-4} + 6.4249*10^{-6} mwi$$

Cada valor de masa obtenido se reemplaza por mwi.

La corrección de datos: se tiene en cuenta la densidad del agua y la fuerza ascensional (fuerza de empuje) del aire, y el valor de coeficiente de expansión térmica del vidrio, se utiliza entonces la ecuación general para el cálculo del volumen a la temperatura de referencia.

$$V = (l_c - l_v) * (1 / (w - A)) * (1 - (A/B)) * (1 - \delta (t - 20))$$

$l_c$ = masa del material volumétrico + agua

$l_v$ = masa del material volumétrico vacío.

$w$ = Densidad del agua a T°C. Tabla **anexo B**

$A$ = Densidad del aire =1.0Kg/m<sup>3</sup>

$B$ = Densidad real de pesas de balanza analítica=8000 Kg/m<sup>3</sup>

$t$ = Temperatura °C

$\delta$ = coeficiente de expansión térmica del vidrio (soda-cal) a T°C. Tabla **anexo A**

El modelo matemático del volumen de vertido para la pipeta aforada # 1 de 2 mL es el siguiente:

$$V = ((1,9852) * (1 / (0.9977335 - 0.0010))) * (1 - (0.0010 / 8)) * (1 - 30 \times 10^{-6} * (22,3 - 20)) \\ = 1,9913 \text{ mL}$$

Para pipetas, buretas y en general recipientes de vaciado el valor de  $l_c - l_v$  es igual a la masa aparente reportada en el pesaje.

En la corrección de datos de las buretas digitales solo se tienen en cuenta la densidad del agua y la fuerza ascensional (fuerza de empuje) del aire, se toma como cero el valor de coeficiente de expansión térmica del vidrio, aunque poseen una parte de vidrio, ésta no interviene en la indicación de la medida del volumen vertido en las buretas. Entonces la fórmula queda:

$$V = (l_c - l_v) * (1 / (w - A)) * (1 - (A/B))$$

Por ejemplo el volumen de vertido de una bureta digital de 25 mL es:

$$V = ((24,8860) * (1 / (0.997279 - 0.0010))) * (1 - (0.0010 / 8)) = 24,9758 \text{ mL}$$

Con los valores obtenidos del volumen después de la corrección de la masa aparente, se realiza el análisis estadístico (estadística descriptiva) para cada uno de los materiales ensayados.

Los resultados son comparados con los valores establecidos por el fabricante para determinar si el material cumple, y aprobar su calibración.

## 5.6 ALCALINIDAD

### 5.6.1 Reactivos

Carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

Indicador mixto (Verde de bromocresol, Rojo de metilo)

Agua destilada

- Solución de Carbonato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 500 ppm: Se secó entre 3 y 5 g de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) estándar primario a 250 °C durante 4 horas, se enfrió en el desecador. Se Pesaron 0.53 g y se transfirió a un balón volumétrico 1L, llenando hasta la marca con agua destilada y mezclando el reactivo. (**Esta solución es estable por una semana**).
- Solución de ácido sulfúrico  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 N, tomó 100 mL de la solución de ácido sulfúrico  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N y llevó a 1000 mL con agua destilada.
- Solución de ácido sulfúrico  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.02 N, se tomó 200 mL de la solución de ácido sulfúrico  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N y se llevó a 1000 mL con agua destilada.
- Se Estandarizó mediante una titulación con una solución estándar de carbonato de sodio 0.05 N.
- Indicador Mixto: pesó 100 mg de verde bromocresol y 20 mg rojo de metilo y se trituroó en un mortero de porcelana. Se Disolvió la mezcla anterior en 100 mL de alcohol etílico al 95%.

- Revisión de la calidad y pureza de los reactivos a utilizar.
- Volumen de la muestra para cada ensayo 100 mL.

### **5.6.2 Equipos y Materiales**

Balanza analítica, sensibilidad  $\pm 0.0001$  g Marca (METTLER AJ -50)

Balanza de precisión,  $\pm 0.001$ g Marca (OHAUS TP 600 S)

Termómetro digital Marca (TEMP 6 PT 100)

Auxiliar de macro-pipeteado Marca Blau Brand

Bureta digital de 25 mL Marca (Digital III, Brand)

Varilla Agitadora magnética Marca (PTFE Plasti Brand 1 pulgada)

Pipeta aforada 10, 20, 50, 100 mL Marca Blau Brand

Erlenmeyer de 250 mL Marca Schoot Duran

Espátula

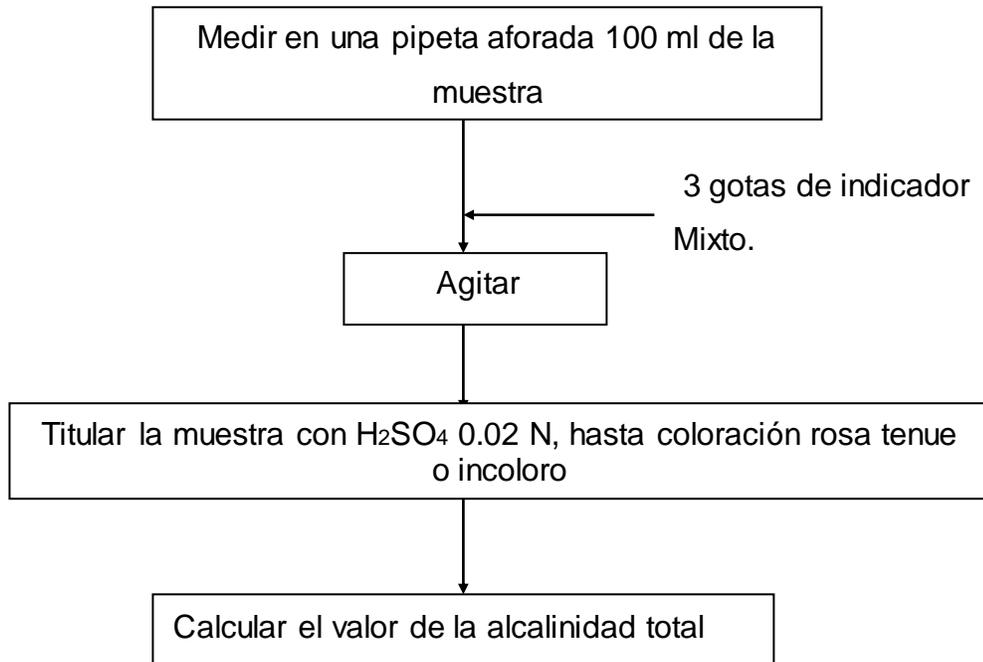
Gotero

### **5.6.3 Procedimiento**

Para el análisis de alcalinidad por el método de titulación se siguió el procedimiento 2320 (A-B) descrito en el protocolo para análisis de agua potable del Estándar Methods for the Examination of Water and Wastewater. ED 20: 98. Se leyeron soluciones estándar de alcalinidad de 10, 20, 30, 40, 50, 60 ppm preparadas a diario durante once (11) días diferentes. Cada solución patrón se le realizaron 10 ensayos con su respectiva réplica.

El proceso de validación se empezó el día 30 de octubre a las 8:00 AM, las soluciones estándar de Alcalinidad fueron preparadas a partir de un patrón de 500 ppm, obteniendo los resultados que se muestran más adelante.

**Procedimiento aplicado en el laboratorio**  
**Método por titulación**



El valor de la alcalinidad se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Alcalinidad mg de CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \cdot N \cdot 50 \cdot 1000}{M}$$

Donde:

A= ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gastados

N= concentración de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

50= peso equivalente por gramo

M= volumen de la muestra en ml

## 5.7 ACIDEZ

### 5.7.1 Reactivos

Agua libre de dióxido de carbono, CO<sub>2</sub>

Ftalato ácido de potasio (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)

Hidróxido de sodio (NaOH)

Indicador Fenolftaleína

Agua destilada

- Agua libre de dióxido de carbono, CO<sub>2</sub>. Todas las soluciones estándares y diluciones con agua deben hacerse con agua destilada o desionizada que ha sido recientemente hervida por quince minutos y enfriada. El pH de esta agua debe de ser 6,0 y su conductividad debe de ser < 2 µmhos/cm.
- Solución de Ftalato ácido de potasio (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>), aproximadamente 0,05N: se trituró de 10 a 15 g de Ftalato ácido de potasio (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) estándar primario se secó a 120°C por dos (2) horas. Se Enfrió en un desecador y se pesó 10 ± 0,5 g y se transfirió a un balón volumétrico de un litro y se llevó hasta 1000 mL.
- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,1N, se preparó aproximadamente una solución de 0,1 N; la cual se estandarizó mediante una titulación con el estándar primario (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) hasta el punto de inflexión se almaceno en un recipiente plástico.

- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.02 N, se diluyeron 200 mL de la solución 0,1 N de hidróxido de sodio se tomó un balón volumétrico 1L y se completó con agua destilada.
- Calibración previa al ensayo de los instrumentos de trabajo (bureta, pipetas, etc.)

### **5.7.2 Equipos y Materiales**

Balanza analítica, sensibilidad  $\pm 0.0001$  g Marca (METTLER AJ -50)

Auxiliar de macro-pipeteado Marca Blau Brand

Bureta digital de 25 mL Marca (Digital III, Brand)

Pipeta aforada 10, 20, 100 mL Marca Blau Brand

Erlenmeyer de 250 mL Marca Schoot Duran

Espátula

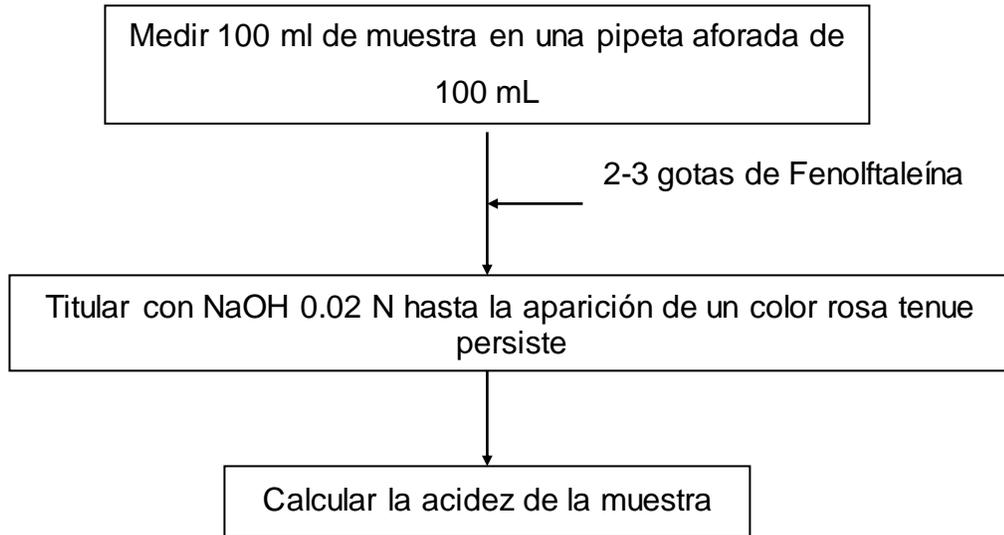
Gotero

### **5.7.3 Procedimiento**

Para el análisis de acidez por el método de titulación se siguió el procedimiento 2310 (A-B) descrito en el protocolo para análisis de agua potable del Estándar Methods for the Examination of Water and Wastewater. ED 20: 98. Se analizaron 3 tipos de muestras, realizando 5 ensayos por duplicado y blanco de reactivos durante 5 días continuos, trabajando con 3 analistas.

El proceso de validación para el parámetro de acidez se inició el día 8 de enero a las 2:30 PM, obteniendo los resultados que se muestran más adelante.

**Procedimiento aplicado en el laboratorio**  
**Método por titulación**



La acidez se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Acidez mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \cdot N \cdot 50 \cdot 1000}{C}$$

Donde:

A = ml de NaOH 0.02 N

N = Concentración del NaOH

C = Volumen de la muestra

50 = Peso equivalente de CaCO<sub>3</sub>

## 5.8 DUREZA TOTAL

### 5.8.1 Reactivos

Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ )

Solución tampón

Indicador negro de eriocromo T

Ácido clorhídrico 1:1

Agua destilada

- Solución de Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ ): Se pesó entre 1 a 2 g de polvo ( $\text{CaCO}_3$ ) estándar primario. Se secó a 120 °C durante 2 horas, enfrió en un desecador. Se pesó 1 g y se transfirió a un balón volumétrico de un litro y se diluyó a 1000 mL.
- Solución titulante EDTA estándar 0.01M: Se pesó 7.446 g de etilendiaminotetracético se disolvió en agua destilada hasta 1000 mL.
- Solución tampón: se disolvió 16.9 g de cloruro amónico ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) en 143 mL de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) concentrado. Se Añadió 1.25g de sal magnesio de EDTA y se diluyó con agua destilada.
- Indicador: pesó 0.5 g de negro de eriocromo T y 100 g de cloruro de sodio, se trituro en un mortero de porcelana hasta obtener una mezcla completa del indicador.
- Se Estandarizó frente a una solución de carbonato de calcio estándar de 1000 ppm.

- Volumen de la muestra para cada ensayo 50 mL.

### **5.8.2 Equipos y Materiales**

Balanza analítica, sensibilidad  $\pm 0.0001$  g Marca (METTLER AJ -50)

Campana de extracción

Auxiliar de macro-pipeteado Marca Blau Brand

Bureta digital de 25 mL Marca (Digital III, Brand)

Pipeta aforada 10, 20, 50,100 mL Marca Blau Brand

Pipeta graduada 5 mL Marca Blau Brand

Erlenmeyer de 250 mL Marca Schoot Duran

Espátula

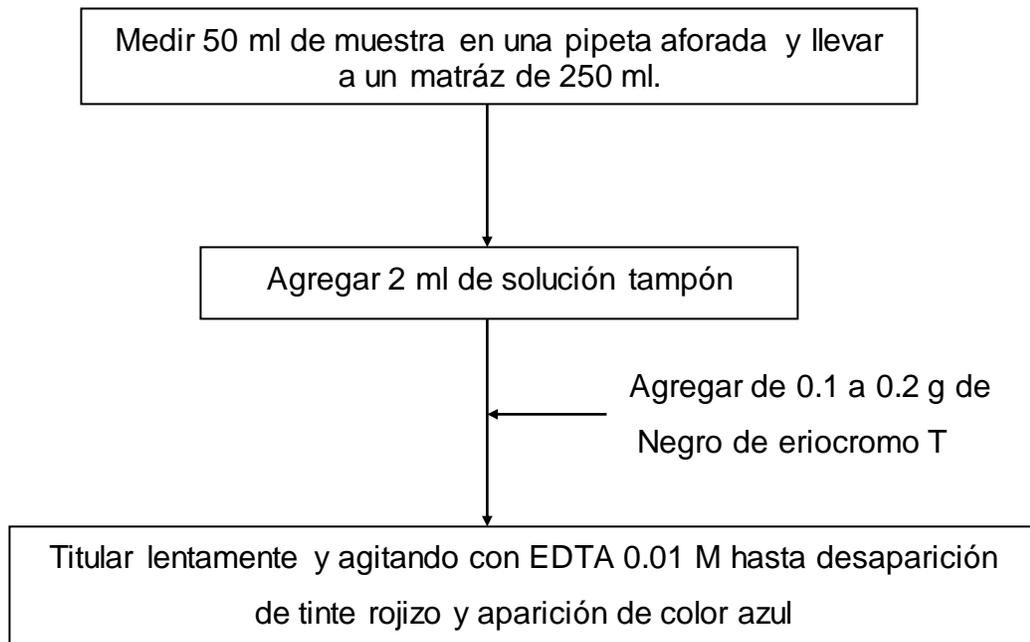
### **5.8.3 Procedimiento**

Para el análisis de dureza total por el método titulométrico de EDTA se siguió el procedimiento 2340 C descrito en el protocolo para análisis de agua potable del Estándar Methods for the Examination of Water and Wastewater. ED 20: 98. En siguiente grupo de muestras se leyó durante 5 días continuos trabajando con 3 analistas, realizando 10 ensayos con su respectiva réplica de los que consta el proceso de validación.

El proceso de validación se empezó el día 17 de noviembre a las 8:30 AM, las soluciones estándar de dureza total fueron preparadas a partir de un patrón de 1000 ppm; obteniendo los resultados que se reportan más adelante.

## Procedimiento aplicado en el laboratorio

### Método por titulación



La dureza total se determina mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Dureza (EDTA) mg de CaCO}_3 / \text{L} = \frac{A \cdot B \cdot 1000}{M}$$

Donde:

A = ml de EDTA gastados

B = mg de CaCO<sub>3</sub> equivalente a 1 ml de EDTA

M = Volumen de la muestra

1000 = Factor de conversión

## 5.9 CALCIO

### 5.9.1 Reactivos

Carbonato de calcio ( $\text{CaCO}_3$ )

Solución tampón

Murexida

Ácido clorhídrico 1:1

Agua destilada

- Solución de Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ ): Se pesó entre 1 a 2 g de polvo ( $\text{CaCO}_3$ ) estándar primario. Se secó a 120 °C durante 2 horas, se enfrió en un desecador. Se pesó 1 g y se transfirió a un balón volumétrico de un litro y se diluyó a 1000 mL.
- Solución titulante EDTA estándar 0.01M: Se pesó 7.446 g de etilendiaminotetracético se disolvió en agua destilada hasta 1000 mL.
- Solución tampón: Se pesó 40 g de hidróxido de sodio (NaOH) y se transfirió a un balón volumétrico de un litro.
- Indicador: Se pesó 0.2 g de murexida (purpurato de amonio) y 100 g de cloruro de sodio y se trituró en un mortero de porcelana hasta obtener el polvo del colorante. Se almacenó en recipiente ámbar.
- Se estandarizó frente a una solución de carbonato de calcio estándar de 1000 ppm.

- Volumen de la muestra para cada ensayo 50 mL.

### **5.9.2 Equipos y Materiales**

Balanza analítica, sensibilidad  $\pm 0.0001$  g Marca (METTLER AJ -50)

Campana de extracción

Auxiliar de macro-pipeteado Marca Blau Brand

Bureta digital de 25 mL Marca (Digital III, Brand)

Pipeta aforada 5, 10, 20,25 ,50 mL Marca Blau Brand

Pipeta graduada 5 mL Marca Blau Brand

Erlenmeyer de 250 mL Marca Schoot Duran

Espátula

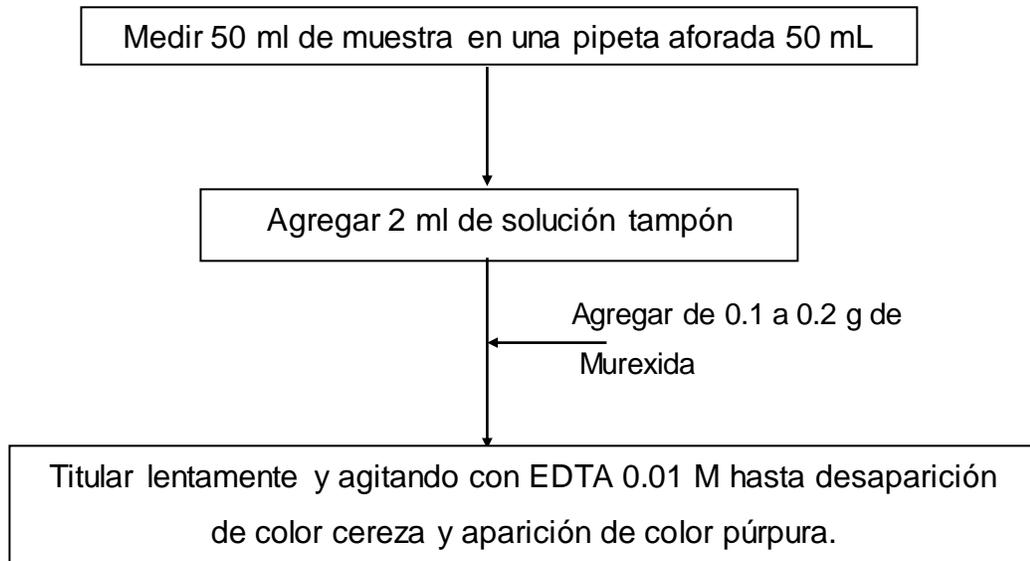
### **5.9.3 Procedimiento**

Para el análisis de calcio por el método titulométrico de EDTA se siguió el procedimiento 3500-Ca D descrito en el protocolo para análisis de agua potable del Estándar Methods for the Examination of Water and Wastewater. ED 20: 98. En siguiente el grupo de muestras se leyó durante 5 días continuos trabajando con 3 analistas, realizando 10 ensayos con su respectiva replica.

El proceso de validación se empezó el día 24 de noviembre a las 3:40 PM, obteniendo los resultados que se muestran más adelante.

## Procedimiento aplicado en el laboratorio

### Método por titulación



$$\text{Dureza (EDTA) mg de CaCO}_3 / \text{L} = \frac{A \cdot B \cdot 1000}{M}$$

Donde:

A = ml de EDTA gastados

B = mg de CaCO<sub>3</sub> equivalente a 1 ml de EDTA

M = Volumen de la muestra

1000 = Factor de conversión

## 5.10 CLORUROS

### 5.10.1 Reactivos

Cloruro de sodio (NaCl)

Solución titulante de nitrato de plata

Solución indicadora de cromato de potasio

Agua destilada

- Solución indicadora de cromato de potasio ( $K_2CrO_4$ ): se pesó 50 g cromato de potasio ( $K_2CrO_4$ ) y se disolvió en agua destilada. Se añadió solución de nitrato de plata ( $AgNO_3$ ) hasta la formación de un precipitado rojo definido. Esta solución se dejó por doce (12) horas en reposo, se filtró y diluyó a un litro con agua destilada.
- Solución de nitrato de plata 0.0141N: Se disolvió 2.395 g de  $AgNO_3$  en agua destilada y se diluyó a 1000 mL.
- Se estandarizó frente a una solución de cloruro de sodio NaCl estándar de una concentración aproximadamente 0.0141 N.
- Solución de Cloruro de sodio NaCl: Se pesó 2 g de NaCl y se secó a  $140^\circ C$ , se enfrió en un desecador. Se pesó aproximadamente 0.824 g y se diluyó en 1000 mL.
- Volumen de la muestra para cada ensayo 100 mL.

### **5.10.2 Equipos y Materiales**

Balanza analítica, sensibilidad  $\pm 0.0001$  g Marca (METTLER AJ -50)

Auxiliar de macro-pipeteado Marca Blau Brand

Bureta digital de 25 mL Marca (Digital III, Brand)

Pipeta aforada 10, 20,100 mL Marca Blau Brand

Pipeta graduada 5 mL Marca Blau Brand

Erlenmeyer de 250 mL Marca Schoot Duran

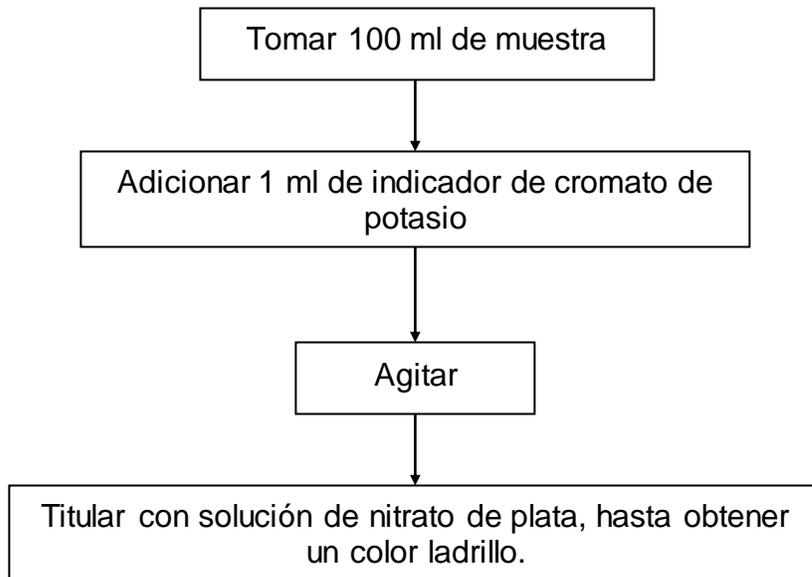
Espátula

### **5.10.3 Procedimiento**

Para el análisis de cloruros por el método argentométrico se siguió el procedimiento 4500-Cl B descrito en el protocolo para análisis de agua potable del Estándar Methods for the Examination of Water and Wastewater. ED 20: 98. Se analizaron 3 tipos de muestras incluyendo la muestra del blanco, realizando 10 ensayos por duplicado durante 5 días continuos, trabajando con 3 analistas.

El proceso de validación se inició el día 5 de diciembre a las 10:30 AM, obteniendo los resultados que se muestran más adelante.

**Procedimiento aplicado en el laboratorio**  
**Método Argentométrico**



Los cloruros se determinan mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Mg / L} = \frac{(A-B) \cdot C \cdot D \cdot 1000}{M}$$

Donde:

A= mL de AgNO<sub>3</sub> gastados

B= mL gastados en la titulación del blanco

C= Concentración normal de AgNO<sub>3</sub> utilizada en la titulación.

D= Peso equivalente gramo del ión cloruro (35.45g).

M= Volumen de la muestra de agua titulada.

1000= Factor de conversión.

## 6. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Se realizó la calibración del material volumétrico, aplicando los parámetros establecidos por las normas ICONTEC, las tablas de los resultados se muestran en el anexo # 1; por medio de un análisis estadístico se obtiene para cada material volumétrico los siguientes datos:

### 6.1 PIPETAS AFORADAS

#### **Pipeta aforada de 2 mL # 1 (Blau Brand B)**

Promedio : 1,9886 mL

Desviación Std: 0,00667

Varianza: 4,448E-05

% coef. Variación: 0,33538

Error en mL: 0,0114

#### **Pipeta aforada de 2 mL # 2 (Blau Brand B)**

Promedio : 1,9908 mL

Desviación Std: 0,00445

Varianza: 1,9803E-05

% coef. Variación: 0,22353

Error en mL: 0,0092

**Pipeta aforada de 10 mL # 1 (Blau Brand B)**

Promedio : 9.9742 mL

Desviación Std: 0.00518

Varianza: 2.6874E-05

% coef. Variación: 0.05197

Error en mL: 0.0258

**Pipeta aforada de 10 mL # 2 (Blau Brand B)**

Promedio : 9.9749 mL

Desviación Std: 0,00253

Varianza: 6.4179E-06

% coef. Variación: 0.02540

Error en mL: 0.0251

**Pipeta aforada de 20 mL # 1 (Blau Brand B)**

Promedio : 19.9822 mL

Desviación Std: 0.03562

Varianza: 0.00127

% coef. Variación: 0.17824

Error en mL: 0.0178

**Pipeta aforada de 20 mL # 2 (Blau Brand B)**

Promedio : 19.9921 mL

Desviación Std: 0.03190

Varianza: 0.00102

% coef. Variación: 0.15958

Error en mL: 0.0079

**Pipeta aforada de 25 mL # 1 (Blau Brand B)**

Promedio : 25.0206 mL

Desviación Std: 0.00425

Varianza: 1.8086E-05

% coef. Variación: 0.016997

Error en mL: 0.0206

**Pipeta aforada de 25 mL # 2 (Blau Brand B)**

Promedio : 25.0129 mL

Desviación Std: 0.00393

Varianza: 1.5463E-05

% coef. Variación: 0.01572

Error en mL: 0.0129

**Pipeta aforada de 50 mL # 1 (Blau Brand B)**

Promedio : 49.9992 mL

Desviación Std: 0.00352

Varianza: 1,2386 E-05

% coef. Variación: 0.00704

Error en mL: 0.0008

### **Pipeta aforada de 50 mL # 2 (Blau Brand B)**

Promedio : 50.0310 mL

Desviación Std: 0.00351

Varianza: 1,2299E-05

% coef. Variación: 0.00701

Error en mL: 0.031

### **Pipeta aforada de 100 mL # 1 (Blau Brand B)**

Promedio : 100.0256 mL

Desviación Std: 0.00699

Varianza: 4,8809E-05

% coef. Variación: 0.00698

Error en mL: 0.0256

## **6.2 PIPETA GRADUADA**

### **Pipeta graduada de 5 mL # 1 (Blau Brand B)**

Graduación mL	Media	Desv Std	Varianza	% coef. Variación	Error en ml.
1,0	0,9945	0,00582	3,388E-05	0,58527	0,0055
2,0	1,9960	0,00606	3,669E-05	0,30348	0,004
3,0	3,0011	0,00210	4,423E-06	0,07008	0,0011
4,0	4,0031	0,00757	5,734E-05	0,18916	0,0031
5,0	4,9669	0,00720	5,180E-05	0,14490	0,0331

### **6.3 Bureta digital 25 mL**

Promedio : 24.9792 mL

Desviación Std: 0.00483

Varianza: 2.3358E-05

% coef. Variación: 0.01935

Error en mL: 0.0208

Los datos obtenidos de las pipetas de 2, 10, 20, 25, 50, 100 mL confirman que en las réplicas no existe diferencia significativa demostrando que el error para cada una de las pipetas se encuentra dentro del límite permitido.

En cada graduación que se realizó en la pipeta ensayada se observó que cumplen con el error máximo tolerado indicado en la norma NTC 2201 pipetas graduadas.

Los datos arrojados en la calibración de la Bureta Digital confirman que los valores están cerca de la medida, de esta manera el error se encuentra dentro del límite permitido por el fabricante (Brand).

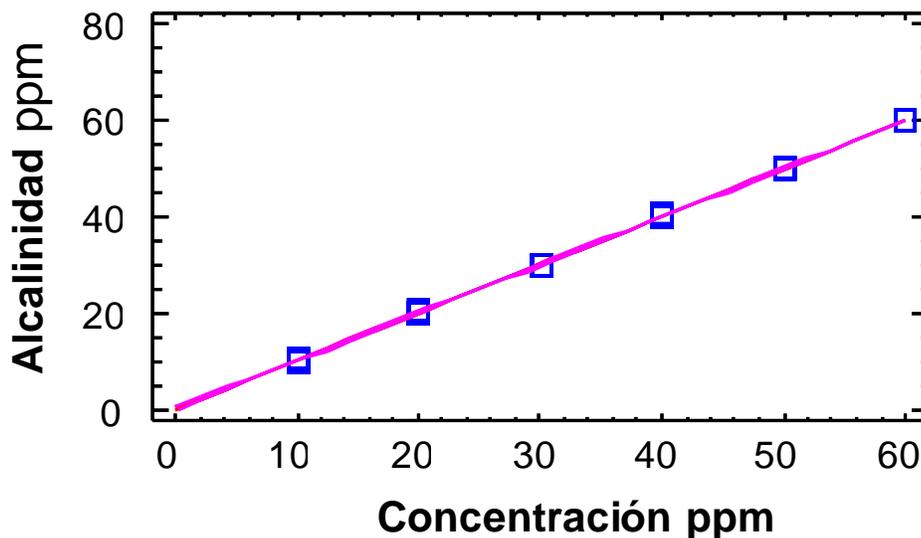
## 6.4 VALIDACIÓN DEL MÉTODO VOLUMÉTRICO DE ALCALINIDAD

Los datos que se presentan a continuación son el resultado del número de ensayos que se le realizaron a cada patrón, teniendo en cuenta que del ensayo 1 al 4, 5 al 7 y 8 al 10 se realizaron con analistas diferentes.

El Anexo # 2, muestra los datos obtenidos para cada uno de los ensayos en los que se varió la concentración (ppm) de carbonato de sodio. La Tabla # 3 presenta las predicciones y límites del método de Alcalinidad.

La gráfica # 1 muestra la relación entre la concentración (ppm) de las soluciones estándar y la alcalinidad leída para las diferentes concentraciones de las soluciones empleadas. Al analizar la gráfica podemos decir que tiene un comportamiento lineal debido a que las concentraciones no tienen una variación significativa por lo tanto el coeficiente de correlación da un nivel de confianza del 99 %.

**Gráfica # 1. Concentración Vs Alcalinidad.**



Los resultados de la gráfica para el modelo de regresión lineal simple describen la relación entre Alcalinidad y las variables independientes (Concentración ppm). La ecuación del modelo obtenido es:

$$\text{Alcalinidad} = 0,0568667 + 0,999455 \cdot \text{Concentración (ppm)}$$

Dado que el p-valor en la tabla # 2 es inferior a 0.01, existe una relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99%.

El R-cuadrado indica que el modelo expresa un 99,9964% de la variabilidad en Alcalinidad. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 0,102032. Este valor puede usarse para construir los límites de predicción.

La precisión para la determinación de alcalinidad por el método de titulación se expresa como la desviación estándar de las muestras. Este grupo de muestras se analizó durante los once (11) días del proceso de validación reportando desviaciones estándar muy bajas, las cuales se pueden observar en la anexo # 2 donde se pueden apreciar los resultados después de hacer el tratamiento estadístico.

Entre los tres analistas y los diferentes días en que fueron analizadas las soluciones, no se aprecian diferencias significativas en la desviación estándar; lo cual revela la óptima precisión del método.

El parámetro estadístico “*exactitud*” está expresado como la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos al valor verdadero.

De acuerdo a los resultados obtenidos se puede concluir que las lecturas de la muestra se acercan al valor aceptado como verdadero, en este caso el estándar.

**Tabla # 2** Análisis de regresión lineal para alcalinidad

<b>Parámetro</b>	<b>Estimación</b>	<b>Error estándar</b>	<b>Estadístico T</b>	<b>p- Valor</b>
Constante	0.1525	0.0165021	9.24127	0.0000
Concentración	0.999467	0.000401713	2488.01	0.0000

**Tabla # 3** Predicciones y límites del método de alcalinidad

<b>Concentración (ppm)</b>	<b>Predicción</b>	<b>Limite inferior</b>	<b>Limite superior</b>
<b>10</b>	10,0514	9,85051	10,2523
<b>20</b>	20,046	19,8453	20,2466
<b>30</b>	30,0405	29,84	30,2411
<b>40</b>	40,0351	39,8345	40,2356
<b>50</b>	50,0296	49,8289	50,2303
<b>60</b>	60,0242	59,8233	60,2251

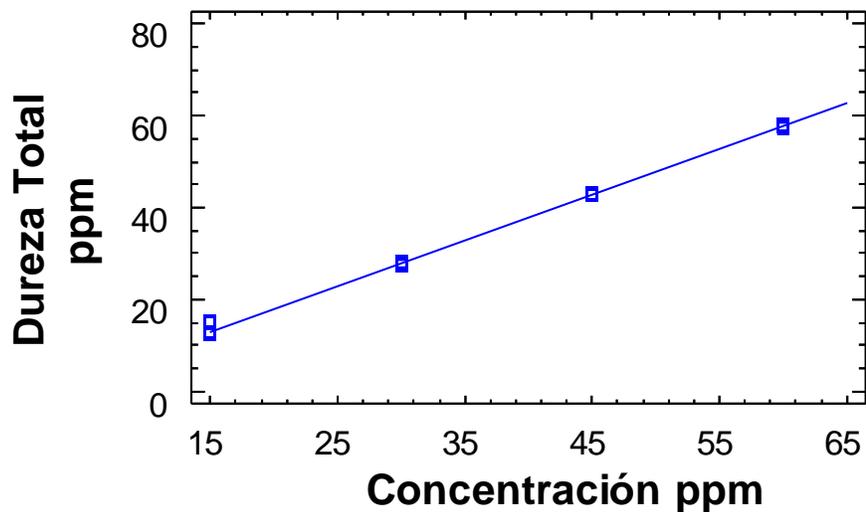
## **6.5 VALIDACIÓN DEL MÉTODO VOLUMÉTRICO DE DUREZA TOTAL**

Los datos que se presentan a continuación son el resultado del número de ensayos que se le realizaron a cada patrón, teniendo en cuenta que del ensayo 1 al 4, 5 al 7 y 8 al 10 se realizaron con analistas diferentes.

El Anexo # 3, presenta los resultados obtenidos para las diferentes concentraciones (ppm) de carbonato de calcio. La Tabla # 5 establece las predicciones y límites del método de dureza total.

La gráfica # 2 muestra la relación entre la concentración de los patrones estándar y la dureza total leída para las cuatro concentraciones empleadas. Al analizar la gráfica no se observa una desviación significativa de los datos obtenidos en la parte experimental.

**Gráfica # 2. Concentración Vs Dureza Total**



Los resultados de la grafica del modelo de regresión lineal simple describen la relación entre la variable dependiente Dureza Total y las variables independientes (Concentración ppm). La ecuación del modelo obtenido es:

$$\text{Dureza Total} = 0,1525 + 0,999467 \cdot \text{Concentración (ppm)}$$

Dado que el p-valor en la tabla # 4 es inferior a 0.01, existe una relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99%.

El R-cuadrado indica que el modelo expresa un 99,9936 % de la variabilidad en Dureza Total. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los

residuos que es 0,134739. Este valor puede usarse para construir los límites de predicción.

La precisión para la determinación de Dureza Total por el método de titulación se expresa como la desviación estándar de las muestras. Reportándose resultados de la desviaciones estándar bajas, las cuales se pueden observar en la anexo # 3 donde se pueden apreciar los resultados después de hacer el tratamiento estadístico.

Los valores de la desviación estándar confirman la confiabilidad y precisión del método.

El parámetro estadístico “*exactitud*” está expresado como la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos al valor verdadero.

De acuerdo a los resultados obtenidos se puede concluir que las lecturas de la muestra se acercan al valor aceptado como verdadero, en este caso el estándar.

**Tabla # 4** Análisis de regresión lineal para Dureza Total

<b>Parámetro</b>	<b>Estimación</b>	<b>Error estándar</b>	<b>Estadístico T</b>	<b>p- Valor</b>
Constante	0.1525	0.0165021	9.24127	0.0000
Concentración	0.999467	0.000401713	2488,01	0.0000

**Tabla # 5** Predicciones y límites del método de Dureza Total

<b>Concentración (ppm)</b>	<b>Predicción</b>	<b>Limite inferior</b>	<b>Limite superior</b>
<b>15</b>	14,4552	9,66556	19,2448
<b>30</b>	29,6295	24,8494	34,4096
<b>45</b>	44,8038	40,0237	49,5839
<b>60</b>	59,9782	55,1886	64,7678

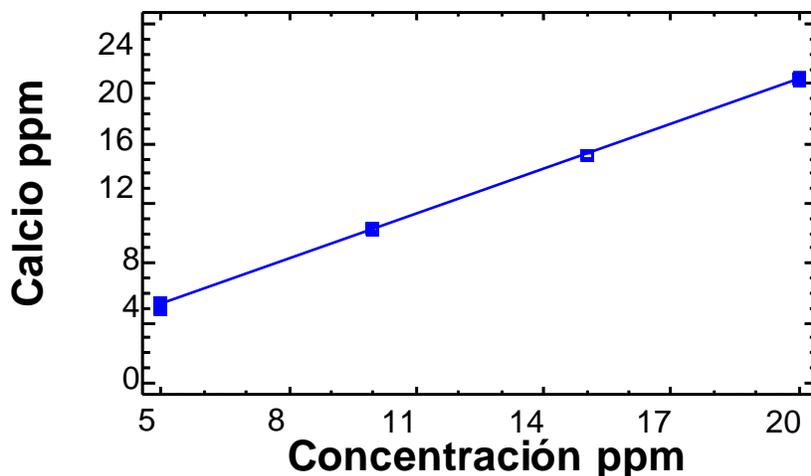
## 6.6 VALIDACIÓN DEL MÉTODO VOLUMÉTRICO DE CALCIO

Los datos que se presentan a continuación son el resultado del número de ensayos que se le realizaron a cada patrón, teniendo en cuenta que del ensayo 1 al 4, 5 al 7 y 8 al 10 se realizaron con analistas diferentes.

Los datos correspondientes a la estadística descriptiva de calcio se presentan en el Anexo # 4. La Tabla # 7 muestra las predicciones y límites del método de calcio.

La gráfica # 3 presenta la relación de calcio en función de la concentración de las soluciones estándar. En ella se observa una respuesta lineal para concentraciones entre 5 y 20 ppm para la determinación de calcio.

**Gráfica # 3 Concentración VS Calcio.**



Los resultados del modelo de regresión lineal simple describen la relación entre la variable dependiente Calcio y las variables independientes (Concentración ppm). La ecuación del modelo obtenido es:

$$\text{CALCIO} = -0,03425 + 1,00116 \cdot \text{Concentración (ppm)}$$

Dado que el p-valor en la tabla # 6 es inferior a 0.01, existe una relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99%.

El R-cuadrado indica que el modelo expresa un 99,9869 % de la variabilidad en Calcio. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 0,0642341. Este valor puede usarse para construir los límites de predicción para nuevas observaciones.

La precisión para la determinación de Calcio por el método de titulación se expresa como la desviación estándar de las muestras. Reportándose resultados de la desviaciones estándar bajas, las cuales se pueden observar en la anexo # 4 donde se pueden apreciar los resultados después de hacer el tratamiento estadístico.

El parámetro estadístico “*exactitud*” está expresado como la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos al valor verdadero.

De acuerdo a los resultados obtenidos de las cuatro concentraciones en el proceso de validación se puede concluir que las lecturas de la muestra se acercan al valor aceptado como verdadero, en este caso el estándar.

**Tabla # 6** Análisis de regresión lineal para Calcio

<b>Parámetro</b>	<b>Estimación</b>	<b>Error estándar</b>	<b>Estadístico T</b>	<b>p- Valor</b>
Constante	0,03425	0,00786704	4,35361	0,0000
Concentración	1,00116	0,000574527	1742,58	0,0000

**Tabla # 7** Predicciones y límites del método de Calcio

<b>Concentración (ppm)</b>	<b>Predicción</b>	<b>Limite inferior</b>	<b>Limite superior</b>
<b>5</b>	4,97155	4,84483	5,09827
<b>10</b>	9,97735	9,85088	10,1038
<b>15</b>	14,9832	14,8567	15,1096
<b>20</b>	19,989	19,8622	20,1157

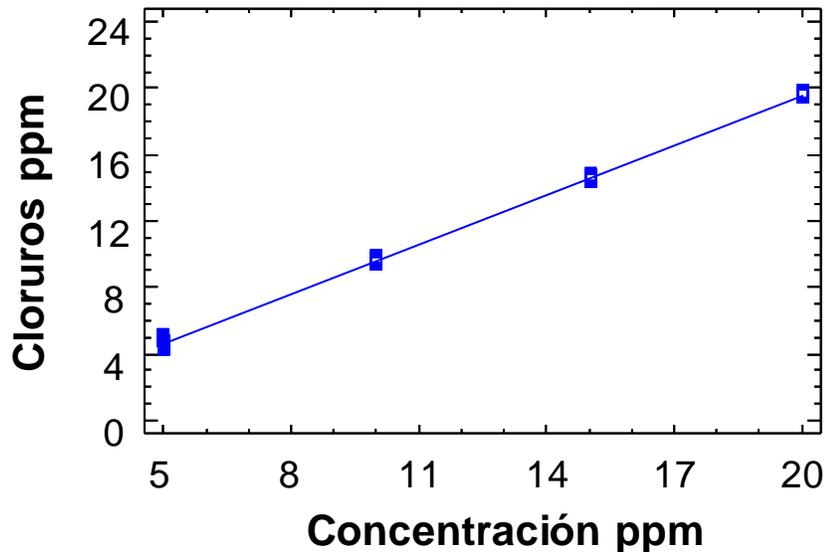
## **6.7 VALIDACIÓN DEL MÉTODO VOLUMÉTRICO DE CLORUROS**

Los datos que se presentan a continuación son el resultado del número de ensayos que se le realizaron a cada patrón, teniendo en cuenta que del ensayo 1 al 4, 5 al 7 y 8 al 10 se realizaron con analistas diferentes.

El Anexo # 5, muestra los datos obtenidos para cada uno de los ensayos de las concentración (ppm) cloruro de sodio .La Tabla # 9 presenta las predicciones y límites del método de Cloruros.

La gráfica # 4 muestra la relación entre la concentración (ppm) de las soluciones estándar y cloruros para las diferentes concentraciones de las soluciones usadas. Al analizar la gráfica podemos decir que tiene un comportamiento lineal debido a que las concentraciones no tienen una variación significativa en los datos.

#### Gráfica # 4 Concentración VS Cloruros



Los resultados de la gráfica del modelo de regresión lineal simple describen la relación entre la variable dependiente cloruros y las variables independientes (Concentración ppm). La ecuación del modelo obtenido es:

$$\text{Cloruros} = 0,03275 + 1,00367 \cdot \text{Concentración (ppm)}$$

Dado que el p-valor en la tabla # 8 es inferior a 0.01, existe una relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99%.

El R-cuadrado indica que el modelo expresa un 99,9767% de la variabilidad en Calcio. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 0,0858212. Este valor puede usarse para construir los límites de predicción para nuevas observaciones.

La precisión para la determinación de Calcio por el método de titulación se expresa como la desviación estándar de las muestras. Reportándose resultados de la desviaciones estándar bajas, las cuales se pueden observar en la anexo # 5

donde se pueden apreciar los resultados después de hacer el tratamiento estadístico.

Los valores de la desviación estándar confirman la confiabilidad y precisión del método.

El parámetro estadístico “*exactitud*” está expresado como la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos al valor verdadero.

De acuerdo a los resultados obtenidos de las cuatro concentraciones en el proceso de validación se puede concluir que las lecturas de la muestra se acercan al valor aceptado como verdadero, en este caso el estándar.

**Tabla # 8** Análisis de regresión lineal para Cloruros

<b>Parámetro</b>	<b>Estimación</b>	<b>Error estándar</b>	<b>Estadístico T</b>	<b>p- Valor</b>
Constante	0,03275	0,0105109	3,11581	0,0020
Concentración	1,00367	0,000767608	1307,53	0,0000

**Tabla # 9** Predicciones y límites del método de Cloruros

<b>Concentración (ppm)</b>	<b>Predicción</b>	<b>Limite superior</b>	<b>Limite inferior</b>
<b>5</b>	5,0511	4,88179	5,22041
<b>10</b>	10,0695	9,90048	10,2384
<b>15</b>	15,0878	14,9188	15,2568

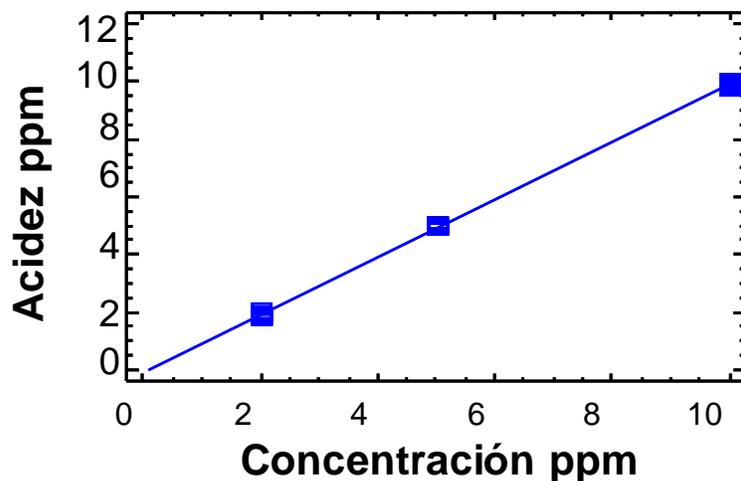
## 6.8 VALIDACIÓN DEL MÉTODO VOLUMÉTRICO DE ACIDEZ

Los datos que se presentan a continuación son el resultado del número de ensayos que se le realizaron a cada patrón, teniendo en cuenta que del ensayo 1 al 4, 5 al 7 y 8 al 10 se realizaron con analistas diferentes

El Anexo # 6, presenta los resultados obtenidos para las diferentes concentraciones (ppm) ftalato ácido de potasio. La Tabla # 10 establece las predicciones y límites del método de acidez.

La gráfica # 5 muestra la relación entre la concentración de los patrones estándar y la acidez leída para las tres concentraciones utilizadas. Al observar la gráfica podemos decir que no tiene una variación significativa de los datos obtenidos en la parte experimental por los tres analistas ya que tiene un comportamiento lineal.

**Gráfica # 5 Concentración Vs Acidez**



Los resultados del modelo de regresión lineal simple describen la relación entre la variable dependiente acidez y las variables independientes (Concentración ppm). La ecuación del modelo obtenido es:

$$\text{ACIDEZ} = - 0,0911735 + 1,00503 \cdot \text{Concentración (ppm)}$$

Dado que el p-valor en la tabla # 10 es inferior a 0.01, existe una relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99%.

El R-cuadrado indica que el modelo expresa un 9,9276% de la variabilidad en Acidez. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 0,0898421.

La precisión para la determinación de Acidez por el método de titulación se expresa como la desviación estándar de las muestras arrojando valores bajos que confirman la confiabilidad de los datos; esto se puede observar en el anexo #6.

Por lo tanto los resultados obtenidos de las tres concentraciones en el proceso se puede concluir que las lecturas de la muestra se acercan al valor aceptado como verdadero, en este caso el estándar.

**Tabla #10.** Análisis de regresión lineal para Acidez

<b>Parámetro</b>	<b>Estimación</b>	<b>Error estándar</b>	<b>Estadístico T</b>	<b>p- Valor</b>
Constante	0,0911735	0,0145773	6,25448	0,0000
Concentración	1,00503	0,00222302	452,102	0,0000

**Tabla # 11.** Predicciones y límites del método de Acidez

<b>Concentración (ppm)</b>	<b>Predicción</b>	<b>Limite superior</b>	<b><i>Limite inferior</i></b>
<b>2</b>	1,91889	1,74003	<i>2,09774</i>
<b>5</b>	4,93398	4,75583	<i>5,11213</i>
<b>10</b>	9,95913	9,77999	<i>10,1383</i>

## 7. CONCLUSIONES

- La calibración del material volumétrico se llevo a cabo siguiendo los parámetros establecidos por la normativa verificando el cumplimiento de la misma.
- Los análisis realizados con el material calibrado son confiables pues el error obtenido en los ensayos esta dentro de los límites tolerados.
- En el proceso de validación se determina la alcalinidad por el método de titulación de fácil ejecución y óptimos resultados confirmando así los datos obtenidos para la aplicación de esta técnica en el Laboratorio de Control de Calidad.
- El proceso de validación que determina la acidez por medio de la titulación presento resultados óptimos para el empleo de la técnica en el Laboratorio de Control de Calidad.
- El proceso de validación para el parámetro de cloruros por el método argentométrico arrojó datos confiables para la aplicación de ésta en el Laboratorio de Control de Calidad.
- El procedimiento de validación en el manejo de dureza total por el método de titulación revela datos confiables.

- El análisis de los resultados obtenidos en la validación para la determinación del calcio por el método de titulación presento datos confiables.
  
- Se prepararon los reactivos y las soluciones que se van a utilizar teniendo en cuenta su fecha de caducidad, realizando periódicamente un inventario de los reactivos.
  
- En el momento del viraje de la muestra y homogenización del color después de la última gota de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) y de los patrones secundarios ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{EDTA}$ ). Fue importante la correcta agitación de los estándares evitando así una incorrecta lectura del volumen gastado del reactivo.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

- a) STANDAR METHODS for the examination of wastewater American public health association, American water works association; water pollution control federation 20 Ed 98.
- b) Manual de inducción Empresas Publicas de Armenia.
- c) Ministerio de Salud. Decreto N475-98 expide norma técnica de calidad de agua potable.
- d) RECOMENDACIONES ARMONIZADAS PARA LA VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS EN UN SOLO LABORATORIO (informe técnico). [Online]. [Citado, 26 de noviembre 2006] Disponible en internet :<[http://news.reseau-concept.net/images/oiv\\_es/Client/Resolution\\_OENO\\_ES\\_2005\\_08.pdf](http://news.reseau-concept.net/images/oiv_es/Client/Resolution_OENO_ES_2005_08.pdf)>
- e) LAB.ICOB (Laboratorio de metrología, masa y balanzas), [Online]. [Citado 2 diciembre 2006]. Disponible en Internet: < <http://www.metrologia.net/basculasJ3alanzas.ntm>>
- f) AIRE, Gilbert H. Análisis Químico Cuantitativo. 2 ed. Universidad de Texas: Austin, 1970. P.267-268
- g) INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Material de vidrio para laboratorio. Material volumétrico de vidrio. Métodos de uso y medición de la capacidad. Bogotá: ICONTEC, 1985. 12p.: il. (NTC 2454)
- h) BRAND. Catálogo general: instrumentos para laboratorio, s.p.i, 252 p.

- i) AIRES, Op.cit., p.268
- j) BRAND, Op. Cit, p 30
- k) Establecimiento De Una Metodología Analítica Para La Determinación De Nitratos Y Nitrógeno Orgánico En Agua Superficial Por El Método De Electrodo De Ión Selectivo. [Online].[Citado 9 agosto 2006]. Disponible en internet:  
<http://www.quimica.unal.edu.co/departamento/trabajos/pdf/Rodriguez%20Ariza%20Yolby%20Milena.pdf#search=%22ESTABLECIMIENTO%20DE%20UNA%20METODOLOG%C3%8DA%20ANAL%C3%8DTICA%20PARA%20LA%22>. [Online]. [Citado 2006].

## ANEXO A

Correcciones apropiadas para un recipiente con una capacidad nominal de 1000 mL hecho de vidrio con un coeficiente de expansión térmica volumétrica de  $30 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}$  (por ejemplo vidrio soda - cal)

Temperatura del agua t°C	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	Temperatura del agua t°C
5	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	5
6	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	1,54	1,54	6
7	1,54	1,54	1,54	1,54	1,55	1,55	1,55	1,55	1,56	1,56	7
8	1,56	1,56	1,57	1,57	1,57	1,58	1,58	1,59	1,59	1,59	8
9	1,60	1,60	1,61	1,61	1,62	1,62	1,63	1,63	1,64	1,64	9
10	1,65	1,66	1,66	1,67	1,67	1,68	1,69	1,69	1,70	1,71	10
11	1,71	1,72	1,73	1,74	1,74	1,75	1,76	1,77	1,78	1,78	11
12	1,79	1,80	1,81	1,82	1,83	1,84	1,84	1,85	1,86	1,87	12
13	1,88	1,89	1,90	1,91	1,92	1,93	1,94	1,95	1,96	1,97	13
14	1,98	2,00	2,01	2,02	2,03	2,04	2,05	2,06	2,08	2,09	14
15	2,10	2,11	2,12	2,14	2,15	2,16	2,17	2,19	2,20	2,21	15
16	2,23	2,24	2,25	2,27	2,28	2,29	2,31	2,32	2,34	2,35	16
17	2,36	2,38	2,39	2,41	2,42	2,44	2,45	2,47	2,48	2,50	17
18	2,51	2,53	2,54	2,56	2,58	2,59	2,61	2,62	2,64	2,66	18
19	2,67	2,69	2,71	2,72	2,74	2,76	2,78	2,79	2,81	2,83	19
20	2,84	2,86	2,88	2,90	2,92	2,93	2,95	2,97	2,99	3,01	20
21	3,03	3,05	3,06	3,08	3,10	3,12	3,14	3,16	3,18	3,20	21
22	3,22	3,24	3,26	3,28	3,30	3,32	3,34	3,36	3,38	3,40	22
23	3,42	3,44	3,46	3,48	3,50	3,53	3,55	3,57	3,59	3,61	23
24	3,63	3,65	3,68	3,70	3,72	3,74	3,76	3,79	3,81	3,83	24
25	3,85	3,88	3,90	3,92	3,95	3,97	3,99	4,01	4,04	4,06	25
26	4,09	4,11	4,13	4,16	4,18	4,20	4,23	4,25	4,28	4,30	26
27	4,33	4,35	4,38	4,40	4,42	4,45	4,47	4,5	4,52	4,55	27
28	4,58	4,60	4,63	4,65	4,68	4,70	4,73	4,76	4,78	4,81	28
29	4,83	4,86	4,89	4,91	4,94	4,97	4,99	5,02	5,05	5,07	29
30	5,10	5,13	5,16	5,18	5,21	5,24	5,27	5,29	5,32	5,35	30
31	5,38	5,41	5,43	5,46	5,49	5,52	5,55	5,58	5,61	5,63	31
32	5,66	5,69	5,72	5,75	5,78	5,81	5,84	5,87	5,90	5,93	32
33	5,96	5,99	6,02	6,05	6,08	6,11	6,14	6,17	6,20	6,23	33
34	6,26	6,29	6,32	6,35	6,38	6,41	6,44	6,47	6,51	6,54	34
35	6,57										35

## ANEXO B

### DENSIDAD DEL AGUA LIBRE DE AIRE, 5° A 35° C

t °C	Décimas de grado											t °C
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9		
5	0,999	9919	9902	9884	9864	9842	9819	9795	9769	9742	9713	5
6		9682	9650	9617	9582	9545	9507	9468	9427	9385	9341	6
7		9296	9249	9201	9151	9100	9048	8994	8938	8881	8823	7
8		8764	8603	8641	8577	8512	8445	8377	8308	8237	8165	8
9		8091	8017	7940	7863	7784	7704	7622	7539	7455	7369	9
10		7282	7194	7105	7014	6921	6826	6729	6632	6533	6432	10
11		6361	6228	6124	6020	5913	5805	5696	5586	5474	5362	11
12		5248	6132	3016	4890	4780	4660	4538	4415	4291	4166	12
13		4040	3912	3704	3654	3523	3391	3257	3122	2986	2850	13
14		2712	2572	2431	2289	2147	2003	1858	1711	1564	1416	14
15		1265	1114	0962	0809	0655	0499	0343	0185	0026	9865	15
16	0,998	9705	9542	9378	9214	9048	8881	8713	8544	8373	8202	16
17		8029	7856	7681	7505	7328	7150	6971	6791	6610	6427	17
18		6244	6058	5873	5686	5498	5309	5119	4927	4735	4541	18
19		4347	4152	3955	3757	3558	3358	3158	2955	2752	2549	19
20		2343	2137	1930	1722	1511	1301	1090	0876	0663	0449	20
21		0233	0016	9799	9580	9359	9139	8917	8694	8470	8245	21
22	0,997	8019	7792	7564	7335	7104	6873	6641	6408	6173	5938	22
23		5702	5465	5227	4988	4747	4506	4264	4021	3777	3531	23
24		3286	3039	2790	2541	2291	2040	1788	1535	1280	1026	24
25		0770	0513	0255	9997	9736	9476	9214	8951	8688	8423	25
26	0,996	8158	7892	7624	7356	7087	6817	6545	6273	6000	5126	26
27		5451	5176	4698	4620	4342	4062	3782	3500	3218	2935	27
28		2652	2366	2080	1793	1505	1217	0928	0637	0346	0053	28
29	0,995	9761	9466	9171	8876	8579	8282	7983	7684	7383	7083	29
30		6780	6478	6174	5869	5564	5258	4950	4642	4334	4024	30
31		3714	3401	3089	2776	2462	2147	1832	1515	1198	0880	31
32		0561	0241	0020	9590	9276	8954	8620	8304	7979	7653	32
33	0,994	7325	6967	6668	6338	6007	5676	5345	5011	4678	4343	33
34		4007	3671	3335	2997	2659	2318	1978	1638	1296	0953	34
35		0610	0267	9922	9576	9230	8883	8534	8186	7937	7486	35



1,9840	1,9876	1,9881	1,9949
1,9852	1,9881	1,9894	1,9904
1,9914	1,9822	1,9769	1,9939
Media	1,9886		
Desv Std	0,00667		
Varianza	4,448E-05		
% coef. Variación	0,33538		
Error en ml.	0,0114		
Cumple	SI		

PIPETA VOLUMETRICA # 2

FECHA  
 MARCA BRAND : 28/08/2006  
 CLASE B  
 CAPACIDAD: 2 ml ERROR: 2 +/- 0.03  
 T.  
 ESPERA: 15 seg.

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

Replica 1	T°C	Replica 2	T°C	Replica 3	T°C	Replica 4	T°C
1,9840	22,6	1,9792	22,6	1,9811	22,6	1,9823	22,7
1,9936	22,6	1,9858	22,6	1,9850	22,6	1,9789	22,7
1,9875	22,6	1,9804	22,6	1,9737	22,7	1,9827	22,7
1,9860	22,6	1,9782	22,6	1,9867	22,7	1,9788	22,7
1,9840	22,6	1,9803	22,6	1,9855	22,7	1,9811	22,7
1,9898	22,6	1,9753	22,6	1,9892	22,7	1,9872	22,7
1,9904	22,6	1,9789	22,6	1,9838	22,7	1,9768	22,7
1,9884	22,6	1,9813	22,6	1,9871	22,7	1,9890	22,7
1,9858	22,6	1,9847	22,6	1,9817	22,7	1,9814	22,7
1,9893	22,6	1,9812	22,6	1,9817	22,7	1,9861	22,7

b) incertidumbre expandida en pesaje: 0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

	Vn(Zn-1)	Dens. H2O
T= 22.6°C	3,74	0,9972040
T= 22.7°C	3,76	0,9971788

Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
1,9912	1,9863	1,9882	1,9895
2,0008	1,9930	1,9922	1,9861
1,9947	1,9875	1,9809	1,9899
1,9932	1,9853	1,9939	1,9860
1,9912	1,9874	1,9927	1,9883
1,9970	1,9824	1,9964	1,9944
1,9976	1,9860	1,9910	1,9840
1,9956	1,9884	1,9943	1,9962
1,9930	1,9919	1,9889	1,9886
1,9965	1,9883	1,9889	1,9933
Media	1,9908		
Desv Std	0,00445		
Varianza	1,9803E-05		
% coef. Variación	0,22353		
Error en ml.	0,0092		
Cumple	SI		

PIPETA VOLUMETRICA # 1 : FECHA 18/08/2006  
 MARCA BRAND  
 CLASE B ERROR: 10 +/- 0.03  
 CAPACIDAD: 10 ml  
 T.  
 ESPERA: 15 seg.

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

Replica 1	T°C	Replica 2	T°C	Replica 3	T°C	Replica 4	T°C
9,9353	24,5	9,9398	24,3	9,9313	25,0	9,9331	24,9
9,9318	24,5	9,9495	24,3	9,9245	25,0	9,9310	24,9
9,9430	24,5	9,9493	24,3	9,9356	24,9	9,9433	24,9
9,9372	24,5	9,9353	24,3	9,9443	24,9	9,9370	24,9
9,9454	24,4	9,9322	24,3	9,9414	24,9	9,9387	24,9
9,9396	24,4	9,9342	24,3	9,9313	24,9	9,9448	24,9
9,9397	24,5	9,9446	24,3	9,9372	24,9	9,9418	24,9
9,9332	24,4	9,9420	24,3	9,9313	24,9	9,9389	24,9
9,9389	24,4	9,9395	24,3	9,9314	24,9	9,9344	24,9
9,9387	24,4	9,9485	24,3	9,9319	24,9	9,9442	24,9

b) incertidumbre expandida en pesaje: 0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

	Vn(Zn-1)	Dens. H2O
T= 24.3°C	3,70	0,9972541
T= 24.4°C	3,72	0,9972291
T= 24.5°C	3,74	0,9972040
T= 24.9°C	3,83	0,9971026
T= 25.0°C	3,85	0,9960770

Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
9,9706	9,9746	9,9777	9,9693
9,9671	9,9844	9,9709	9,9671
9,9783	9,9842	9,9718	9,9795
9,9725	9,9701	9,9805	9,9732
9,9805	9,9670	9,9776	9,9749
9,9747	9,9690	9,9674	9,9810
9,9750	9,9795	9,9734	9,9780
9,9682	9,9768	9,9674	9,9751
9,9740	9,9743	9,9675	9,9706
9,9738	9,9834	9,9680	9,9804

Media	9,9742
Desv Std	0,00518
Varianza	2,6874E-05
% coef. Variación	0,05197
Error en ml.	0,0258
Cumple	SI

PIPETA VOLUMETRICA # 2  
 MARCA BRAND FECHA 18/08/2006  
 CLASE B  
 CAPACIDAD: 10 ml ERROR: 10 +/- 0.03  
 T.  
 ESPERA: 15 seg.

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

Replica 1	T°C	Replica 2	T°C	Replica 3	T°C	Replica 4	T°C
9,9353	24,8	9,9396	24,8	9,9419	24,6	9,9387	24,5
9,9406	24,8	9,9373	24,8	9,9393	24,6	9,9418	24,5
9,9363	24,8	9,9340	24,7	9,9392	24,6	9,9395	24,5
9,9365	24,8	9,9407	24,7	9,9406	24,6	9,9389	24,5
9,9450	24,8	9,9430	24,7	9,9365	24,6	9,9387	24,5
9,9391	24,8	9,9389	24,7	9,9404	24,6	9,9411	24,5
9,9397	24,8	9,9414	24,7	9,9368	24,6	9,9383	24,5
9,9426	24,8	9,9341	24,7	9,9406	24,6	9,9392	24,5
9,9406	24,8	9,9365	24,7	9,9396	24,6	9,9393	24,5
9,9438	24,8	9,9347	24,7	9,9388	24,6	9,9406	24,5

b) incertidumbre expandida en pesaje:

0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

	Vn(Zn-1)	Dens. H2O
T= 24.5°C	3,74	0,9972040
T= 24.6°C	3,76	0,9971788
T= 24.7°C	3,79	0,9971535
T= 24.8°C	3,81	0,9971280

Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
9,9712	9,9756	9,9774	9,9740
9,9766	9,9732	9,9748	9,9771
9,9722	9,9697	9,9747	9,9748
9,9724	9,9764	9,9761	9,9742
9,9810	9,9787	9,9720	9,9740
9,9750	9,9746	9,9759	9,9764
9,9757	9,9771	9,9723	9,9736
9,9786	9,9698	9,9761	9,9745
9,9766	9,9722	9,9751	9,9746
9,9798	9,9704	9,9743	9,9759
Media	9,9749		
Desv Std	0,00253		
Varianza	6,4179E-06		
% coef. Variación	0,02540		
Error en ml.	0,0251		
Cumple	SI		



19,9543	19,9458	19,9840	19,9643
Media	19,9822		
Desv Std	0,03562		
Varianza	0,00127		
% coef. Variación	0,17824		
Error en ml.	0,0178		
Cumple	SI		

PIPETA VOLUMETRICA # 2      FECHA :      02/08/2006  
 MARCA                      BRAND  
 CLASE                      B      ERROR:      20 +/- 0.04  
 CAPACIDAD:              20 ml  
 T.  
 ESPERA:                      15 seg.

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

Replica 1	T°C	Replica 2	T°C	Replica 3	T°C	Replica 4	T°C
19,9103	24,6	19,9453	24,4	19,8717	24,1	19,8878	24,4
19,9366	24,6	19,9583	24,4	19,9259	24,1	19,8734	24,5
19,8882	24,6	19,9536	24,4	19,9440	24,1	19,9558	24,4
19,9899	24,6	19,9449	24,4	19,9278	24,1	19,8691	24,4
19,9225	24,6	19,9582	24,4	19,8863	24,1	19,8741	24,5
19,9103	24,5	19,8991	24,4	19,8982	24,2	19,9104	24,5
19,9482	24,5	19,9595	24,2	19,9328	24,2	19,9284	24,5
19,8925	24,5	19,9500	24,2	19,9079	24,2	19,8589	24,4
19,9408	24,5	19,9518	24,2	19,9303	24,2	19,9369	24,5
19,9599	24,5	19,9473	24,2	19,8895	24,2	19,9028	24,5

b) incertidumbre expandida en pesaje:                      0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

	Vn(Zn-1)	Dens. H2O
T= 24.1°C	3,28	0,9973039
T= 24.2°C	3,30	0,9972790
T= 24.4°C	3,32	0,9972291
T= 24.5°C	3,74	0,9972040
T= 24.6°C	3,76	0,9971788

Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
19,9814	20,0157	19,9405	19,9579
20,0078	20,0287	19,9949	19,9439
19,9592	20,0240	20,0130	20,0267
20,0613	20,0152	19,9968	19,9397
19,9937	20,0286	19,9551	19,9446
19,9810	19,9693	19,9675	19,9811
20,0190	20,0290	20,0022	19,9991
19,9631	20,0195	19,9772	19,9289
20,0116	20,0213	19,9997	20,0077
20,0307	20,0168	19,9588	19,9734
Media	19,9921		
Desv Std	0,03190		
Varianza	0,00102		
% coef. Variación	0,15958		
Error en ml.	0,0079		
Cumple	SI		

PIPETA VOLUMETRICA # 1      FECHA : 14/08/2006  
 MARCA      BRAND  
 CLASE      B      ERROR: 25 +/- 0.04  
 CAPACIDAD: 25 ml  
 T. ESPERA: 15 seg.

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

Replica 1	T°C	Replica 2	T°C	Replica 3	T°C	Replica 4	T°C
24,9405	22,4	24,9405	22,6	24,9396	22,4	24,9305	22,5
24,9387	22,5	24,9394	22,5	24,9394	22,5	24,9384	22,5
24,9481	22,7	24,9487	22,7	24,9393	22,7	24,9483	22,6
24,9482	22,7	24,9492	22,6	24,9402	22,6	24,9482	22,6
24,9438	22,5	24,9489	22,6	24,9428	22,5	24,9438	22,6
24,9439	22,6	24,9488	22,6	24,9388	22,7	24,9438	22,7
24,9443	22,6	24,9453	22,6	24,9423	22,6	24,9443	22,7
24,9426	22,6	24,9395	22,6	24,9405	22,8	24,9425	22,7
24,9385	22,6	24,9403	22,7	24,9385	22,8	24,9401	22,6
24,9387	22,8	24,9387	22,8	24,9379	22,8	24,9377	22,6

b) incertidumbre expandida en pesaje: 0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

	Vn(Zn-1)	Dens. H2O
T= 22.4°C	3,30	0,9977104
T= 22.5°C	3,32	0,9976873
T= 22.7°C	3,36	0,9976408
T= 22.8°C	3,38	0,9976173
T= 22.6°C	3,34	0,9976641

Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
25,0179	25,0189	25,0170	25,0084
25,0166	25,0173	25,0173	25,0163
25,0270	25,0276	25,0182	25,0267
25,0271	25,0276	25,0186	25,0266
25,0217	25,0273	25,0207	25,0222
25,0223	25,0272	25,0177	25,0227
25,0227	25,0237	25,0207	25,0232
25,0210	25,0179	25,0199	25,0214
25,0169	25,0192	25,0179	25,0185
25,0181	25,0181	25,0173	25,0161

Media	25,0206
Desv Std	0,00425
Varianza	1,8086E-05
% coef.	
Variación	0,016997
Error en ml.	0,0206
Cumple	SI

PIPETA VOLUMETRICA # 2 FECHA 16/08/2006  
 MARCA BRAND  
 CLASE B ERROR: 25 +/- 0.04  
 CAPACIDAD: 25 ml  
 T.  
 ESPERA: 15 seg.

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

Replica 1	T°C	Replica 2	T°C	0	T°C	Replica 4	T°C
24,9362	21,9	24,9365	22,0	24,9358	21,9	24,9410	22,0
24,9371	21,9	24,9403	22,0	24,9401	21,9	24,9469	22,0
24,9333	21,9	24,9410	21,9	24,9399	21,9	24,9362	22,0
24,9312	22,0	24,9352	22,0	24,9310	22,0	24,9338	22,0
24,9386	21,9	24,9388	21,9	24,9303	21,9	24,9345	21,9
24,9401	21,9	24,9341	21,9	24,9339	21,9	24,9412	21,9
24,9331	21,9	24,9353	21,9	24,9349	21,9	24,9370	21,9
24,9362	21,9	24,9402	22,1	24,9402	21,9	24,9349	21,9
24,9460	21,9	24,9415	22,1	24,9396	21,9	24,9408	22,1
24,9420	22,0	24,9412	22,1	24,9419	21,9	24,9398	22,1

b) incertidumbre expandida en pesaje:

0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

Vn(Zn-1)		Dens. H2O	
T= 21.9°C	3,20	0,9978245	
T= 22.0°C	3,22	0,9978019	
T= 22.1°C	3,24	0,9977792	
Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
25,0111	25,0119	25,0107	25,0164
25,0120	25,0157	25,0150	25,0223
25,0082	25,0159	25,0148	25,0116
25,0066	25,0106	25,0064	25,0092
25,0135	25,0137	25,0052	25,0094
25,0150	25,0090	25,0088	25,0161
25,0080	25,0102	25,0098	25,0119
25,0111	25,0158	25,0151	25,0098
25,0209	25,0171	25,0145	25,0164
25,0174	25,0168	25,0168	25,0154
Media	25,0129		
Desv Std	0,00393		
Varianza	1,5463E-05		
% coef. Variación	0,01572		
Error en ml.	0,0129		
Cumple	SI		

PIPETA VOLUMETRICA # 1      FECHA : 22/06/2006  
 MARCA      BRAND  
 CLASE      B      ERROR: 50 +/- 0.05  
 CAPACIDAD: 50 ml  
 T. ESPERA: 15 seg.

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

Replica 1	T°C	Replica 2	T°C	Replica 3	T°C	Replica 4	T°C
49,8401	22,4	49,8405	22,6	49,8406	22,4	49,8405	22,5
49,8397	22,5	49,8393	22,5	49,8394	22,5	49,8391	22,5
49,8480	22,7	49,8487	22,7	49,8396	22,7	49,8483	22,6
49,8392	22,7	49,8490	22,6	49,8410	22,6	49,8481	22,6

49,8408	22,5	49,8409	22,6	49,8428	22,5	49,8441	22,6
49,8439	22,6	49,8488	22,6	49,8398	22,7	49,8439	22,7
49,8444	22,6	49,8463	22,6	49,8413	22,6	49,8444	22,7
49,8426	22,6	49,8396	22,6	49,8405	22,8	49,8415	22,7
49,8395	22,6	49,8400	22,7	49,8395	22,8	49,8409	22,6
49,8407	22,8	49,8387	22,8	49,8378	22,8	49,8387	22,6

b) incertidumbre expandida en pesaje: 0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

Vn(Zn-1) Dens. H2O

T= 22.4°C	3,30	0,9977104
T= 22.5°C	3,32	0,9976873
T= 22.7°C	3,36	0,9976408
T= 22.8°C	3,38	0,9976173
T= 22.6°C	3,34	0,9976641

Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
50,0048	49,9972	49,9952	49,9962
49,9954	49,9950	49,9951	49,9948
50,0057	50,0064	49,9973	50,0050
49,9969	50,0057	49,9977	50,0048
49,9965	49,9976	49,9985	50,0008
50,0006	50,0055	49,9975	50,0016
50,0011	50,0030	49,9980	50,0021
49,9993	49,9963	49,9992	49,9992
49,9962	49,9977	49,9982	49,9976
49,9994	49,9974	49,9965	49,9954

Media	49,9992
Desv Std	0,00352
Varianza	1,2386E-05
% coef. Variación	0,00704
Error en ml.	0,0008
Cumple	SI

PIPETA VOLUMETRICA # 2      FECHA : 24/06/2006  
 MARCA      BRAND  
 CLASE      B      ERROR: 50+/- 0.05  
 CAPACIDAD: 50 ml  
 T. ESPERA: 15 seg.

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

Replica 1	T°C	Replica 2	T°C	0	T°C	Replica 4	T°C
49,8790	21,9	49,8797	22,0	49,8900	21,9	49,8813	22,0
49,8868	21,9	49,8801	22,0	49,8806	21,9	49,8810	22,0
49,8891	21,9	49,8805	21,9	49,8779	21,9	49,8806	22,0
49,8799	22,0	49,8789	22,0	49,8795	22,0	49,8802	22,0
49,8715	21,9	49,8810	21,9	49,8808	21,9	49,8795	21,9
49,8786	21,9	49,8793	21,9	49,8813	21,9	49,8786	21,9
49,8811	21,9	49,8806	21,9	49,8808	21,9	49,8808	21,9
49,8901	21,9	49,8769	22,1	49,8794	21,9	49,8786	21,9
49,8823	21,9	49,8800	22,1	49,8786	21,9	49,8804	22,1
49,8796	22,0	49,8787	22,1	49,8809	21,9	49,8877	22,1

b) incertidumbre expandida en pesaje: 0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

	Vn(Zn-1)	Dens. H2O
T= 21.9°C	3,20	0,9978245
T= 22.0°C	3,22	0,9978019
T= 22.1°C	3,24	0,9977792

Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
50,0288	50,0305	50,0398	50,0321
50,0366	50,0309	50,0304	50,0318
50,0389	50,0303	50,0277	50,0314
50,0307	50,0297	50,0303	50,0310
50,0213	50,0308	50,0306	50,0293
50,0284	50,0291	50,0311	50,0284
50,0309	50,0304	50,0306	50,0306
50,0399	50,0280	50,0292	50,0284
50,0321	50,0311	50,0284	50,0315
50,0304	50,0298	50,0307	50,0388

Media	50,0310
Desv Std	0,00351
Varianza	1,2299E-05
% coef. Variación	0,00701
Error en ml.	0,031
Cumple	SI



PIPETA  
 GRADUADA # 1                      FECHA :                      26/08/2006  
 MARCA                      BRAND  
 CLASE                      B  
 CAPACIDAD:                      5 ml

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

1mL	T°C	2mL	T°C	3mL	T°C	4mL	T°C	5mL	T°C
0,9936	24,0	1,9887	23,8	2,9909	23,7	4,0176	23,6	4,9587	23,5
0,9813	24,0	1,9875	23,8	2,9881	23,7	3,9948	23,6	4,9582	23,5
0,9853	24,0	1,9843	23,8	2,9935	23,7	3,9994	23,6	4,9485	23,5
0,9951	24,0	1,9960	23,8	2,9884	23,7	3,9940	23,6	4,9612	23,5
0,9850	24,0	1,9888	23,8	2,9911	23,7	3,9911	23,6	4,9771	23,5
0,9967	24,0	1,9811	23,8	2,9911	23,7	4,0009	23,6	4,9576	23,5
0,9993	24,0	1,9950	23,8	2,9951	23,7	3,9926	23,6	4,9642	23,5
0,9888	24,0	1,9995	23,8	2,9910	23,7	3,9950	23,6	4,9567	23,5
0,9941	24,0	1,9822	23,8	2,9901	23,7	3,9957	23,6	4,9608	23,5
0,9920	24,0	1,9889	23,8	2,9903	23,7	3,9961	23,6	4,9603	23,5

b) incertidumbre expandida en pesaje:                      0,0004 gr

c) Volumen vertido (ml)

	Vn(Zn-1)	Dens. H2O
T= 23,5°C	3,53	0,9974506
T= 23,6°C	3,55	0,9974264
T= 23,7°C	3,57	0,9974021
T= 23,8°C	3,59	0,9973777
T= 24,0°C	3,63	0,9973286

1mL	2mL	3mL	4mL	5mL
0,9970	1,9955	3,0010	4,0230	4,9653
0,9847	1,9942	2,9982	4,0002	4,9648
0,9887	1,9910	3,0036	4,0048	4,9551
0,9985	2,0028	2,9985	3,9994	4,9678
0,9884	1,9956	3,0012	3,9965	4,9837
1,0001	1,9878	3,0012	4,0063	4,9642
1,0027	2,0018	3,0052	3,9980	4,9708
0,9922	2,0063	3,0011	4,0004	4,9633
0,9975	1,9889	3,0002	4,0011	4,9674
0,9954	1,9957	3,0004	4,0015	4,9669

Graduación mL	Media	Desv Std	Varianza	% coef. Variación	Error en ml.
1,0	0,9945	0,00582	3,388E-05	0,58527	0,0055
2,0	1,9960	0,00606	3,669E-05	0,30348	0,004
3,0	3,0011	0,00210	4,423E-06	0,07008	0,0011
4,0	4,0031	0,00757	5,734E-05	0,18916	0,0031
5,0	4,9669	0,00720	5,180E-05	0,14490	0,0331

BURETA DIGITAL 25 ml

FECHA: 20/08/2006

a) Masa aparente de la graduación especificada (g).

25 ml.	T°C
24,8860	24,2
24,8809	24,3
24,8858	24,4
24,8912	24,5
24,8961	24,5
24,8901	24,6
24,8862	24,6
24,8900	24,5
24,8825	24,5
24,8882	24,5

b) incertidumbre expandida en pesaje: 0.0002 gr.

c) Volumen vertido (ml)

	Vn(Zn-1)	Dens. H2O
T=24,2°C	3,3	0,997279
T= 24.3°C	3,70	0,9972541
T= 24.4°C	3,72	0,9972291
T= 24.5°C	3,74	0,997204
T=24,6°C	3,76	0,9971788
25 ml		
24,9758		
24,9713		
24,9769		
24,9829		
24,9878		
24,9825		
24,9785		

24,9817	
24,9742	
24,9799	
24,9792	media
0,00483	desviación std
2,3358E-05	varianza
0,01935	coeficiente de variación %
0,0208	error ml
SI	Cumple Coef. Variación fab. 0,04%

## Anexo # 2. Estadística descriptiva de Alcalinidad

No..Ensayo	BK		10		20		30		40		50		60	
	1	2												
1	1,45	1,30	10,0	10,08	20,05	20,05	30,00	29,99	40,17	40,10	50,00	50,04	60,07	60,00
2	1,42	1,30	10,1	10,12	20,04	20,03	29,91	29,94	40,17	40,24	50,07	50,08	59,96	59,97
3	1,49	1,31	10,1	10,09	20,03	20,03	29,95	29,93	40,20	40,09	50,05	50,05	59,98	60,00
4	1,47	1,32	10,2	10,12	20,11	20,08	29,97	29,98	40,12	40,16	50,06	50,06	60,03	60,05
5	1,47	1,31	10,0	9,94	20,02	20,02	29,97	29,97	40,06	40,18	50,05	50,06	60,00	60,00
6	1,45	1,35	10,0	9,97	20,05	20,02	29,99	29,99	40,08	40,16	50,05	50,05	59,97	59,97
7	1,14	1,36	10,0	9,96	20,05	20,02	29,97	29,98	40,08	40,08	50,05	50,06	59,98	60,01
8	1,09	1,39	10,1	10,10	20,05	20,02	30,05	30,04	40,12	40,12	50,00	50,06	59,94	59,98
9	1,22	1,40	10,0	10,00	20,03	20,05	29,94	29,93	40,06	40,04	50,07	50,06	59,90	59,92
10	1,28	1,39	10,1	10,08	20,12	20,15	30,01	30,00	40,03	40,16	49,93	49,94	59,95	59,96
Promedio	1,348	1,343	10,060	10,046	20,055	20,047	29,976	29,975	40,109	40,133	50,030	50,043	59,978	59,986
Desviación estándar	0,1438	0,0361	0,0663	0,0668	0,0317	0,0390	0,0372	0,0326	0,0536	0,0551	0,0404	0,0344	0,0451	0,0329
% Coeficiente de Variación	10,6677	2,6880	0,6590	0,6649	0,1581	0,1945	0,1241	0,1088	0,1336	0,1373	0,0808	0,0687	0,0752	0,0548
valor máximo	1,49	1,398	10,2	10,12	20,12	20,15	30,05	30,04	40,2	40,24	50,07	50,08	60,07	60,05
valor mínimo	1,09	1,3	10	9,94	20,02	20,02	29,91	29,93	40,03	40,04	49,93	49,94	59,9	59,92
Error	*	*	0,06	0,05	0,05	0,05	0,02	0,02	0,11	0,13	0,03	0,04	0,02	0,01

### Anexo # 3. Estadística descriptiva de Dureza Total

No. Ensayo	BK		15		30		45		60	
1	1,0	1,0	15,12	15,20	30,18	30,08	45,00	45,08	60,14	60,10
2	1,0	1,0	15,20	15,18	30,28	30,26	45,10	45,12	60,20	60,12
3	1,0	1,0	15,10	15,16	30,20	30,20	45,06	45,06	60,10	60,06
4	1,0	1,0	15,24	15,22	30,08	30,08	45,06	45,10	60,10	60,02
5	1,0	1,0	15,22	15,18	30,14	30,06	45,14	45,14	60,16	60,18
6	1,0	1,0	15,20	15,10	30,14	30,18	45,14	45,04	60,20	60,16
7	1,0	1,0	15,06	15,10	29,98	30,06	45,16	45,12	60,12	60,14
8	1,0	1,0	15,06	15,16	30,02	30,04	45,08	45,18	60,10	60,18
9	1,0	1,0	15,18	15,18	30,04	30,02	45,10	45,10	60,18	60,16
10	1,0	1,0	15,22	15,20	30,16	30,12	46,02	46,02	60,14	60,22
Promedio	1,0	1,0	15,160	15,168	30,122	30,110	45,186	45,196	60,144	60,134
Desviación estándar	0,000	0,000	0,0651	0,0382	0,0869	0,0744	0,2816	0,2772	0,0377	0,0573
% Coeficiente de Variación	0,000	0,000	0,4294	0,2518	0,2885	0,2471	0,6232	0,6133	0,0627	0,0953
valor máximo	1	1	15,24	15,22	30,28	30,26	46,02	46,02	60,2	60,22
valor mínimo	1	1	15,06	15,1	29,98	30,02	45	45,04	60,1	60,02
Error	*	*	0,16	0,17	0,12	0,11	0,186	0,196	0,144	0,134

#### Anexo # 4. Estadística descriptiva de Calcio

No. Ensayo	5		10		15		20	
1	4,98	4,99	9,93	9,98	14,99	14,94	20,00	20,05
2	4,90	4,93	9,11	9,98	14,96	14,96	19,99	20,1
3	4,91	4,99	10,02	10,03	14,97	14,99	19,99	20,03
4	5,00	5,00	10,02	10,04	14,96	14,95	19,98	20,0
5	4,98	4,98	10,03	10,03	14,98	14,95	19,92	19,95
6	4,96	5,00	10,03	9,99	14,88	14,88	20,01	20,0
7	5,00	5,01	9,97	10,00	14,94	14,91	19,93	20,06
8	4,98	4,96	10,03	9,92	14,96	14,92	20,01	20,03
9	5,03	5,03	9,91	9,90	14,92	14,96	20,07	20,03
10	5,00	5,00	9,93	9,90	14,93	14,89	20,08	20,06
Promedio	4,974	4,989	9,898	9,977	14,949	14,94	20,00	20,03
Desviación estándar	0,0388	0,0262	0,2662	0,0504	0,0308	0,0326	0,0483	0,0391
% Coeficiente de Variación	0,7797	0,5261	2,6897	0,5052	0,2061	0,2185	0,2417	0,1952
valor máximo	5,03	5,03	10,03	10,04	14,99	14,99	20,08	20,10
valor mínimo	4,90	4,93	9,11	9,90	14,88	14,88	19,92	19,95
Error	0,03	0,01	0,10	0,02	0,05	0,06	0,00	-0,03

### Anexo # 5. Estadística descriptiva de Cloruros

No. Ensayo	5		10		15	
1	4,97	4,95	10,11	10,09	15,04	15,06
2	4,99	4,99	10,09	10,06	15,06	15,05
3	4,94	4,98	10,11	10,11	15,05	15,03
4	4,93	4,97	10,13	10,13	15,06	15,09
5	5,09	5,06	10,14	10,15	15,04	15,04
6	5,04	5,02	10,06	10,18	15,06	15,04
7	5,04	5,08	10,12	10,14	15,08	15,06
8	5,01	5,06	10,18	10,10	15,07	15,10
9	5,09	5,08	10,10	10,09	15,10	15,13
10	5,13	5,13	10,11	10,09	15,16	15,14
Promedio	5,023	5,032	10,115	10,114	15,072	15,074
Desviación estándar	0,0637	0,0556	0,0301	0,0337	0,0340	0,0369
% Coeficiente de Variación	1,2687	1,1058	0,2974	0,3330	0,2256	0,2450
valor máximo	5,13	5,13	10,18	10,18	15,16	15,14
valor mínimo	4,93	4,95	10,06	10,06	15,04	15,03
Error	0,023	0,032	0,115	0,114	0,072	0,074

**Anexo # 6. Estadística descriptiva de acidez.**

No..Ensayo	2		5		10	
1	1,96	1,92	4,96	4,98	9,92	9,97
2	1,90	1,90	5,03	5,10	9,95	9,95
3	1,86	1,82	4,92	4,98	9,92	9,90
4	1,84	1,84	4,96	4,99	9,91	9,91
5	1,90	1,88	5,01	5,00	9,95	9,99
Promedio	1,892	1,872	4,976	5,010	9,930	9,944
Desviación estándar	0,0412	0,0371	0,0393	0,0456	0,0167	0,0344
% Coeficiente de Variación	2,1767	1,9815	0,7897	0,9103	0,1685	0,3460
valor máximo	1,96	1,92	5,03	5,10	9,95	9,99
valor mínimo	1,84	1,82	4,92	4,98	9,91	9,90
Error	0,11	0,13	0,02	0,01	0,07	0,06

## Anexo # 7. Instrumentos de laboratorio (Fotos)





