UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA QUÍMICA Y FARMACIA

**TRABAJO DE TITULACIÓN PRESENTADO COMO REQUISITO
PREVIO PARA OPTAR POR EL GRADO DE QUÍMICO Y
FARMACÉUTICO**

TEMA:

**VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE
ALCALINIDAD EN AGUA POTABLE Y RESIDUAL.**

AUTORAS:

ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANIA

TOALA PIN ANDREA ALEXANDRA

TUTOR:

Q.F. Ana Grijalva M. Sc.

ASESOR EXTERNO:

Q.F. José Zamora Guevara

PERIODO LECTIVO

2020 - 2021

GUAYAQUIL – ECUADOR

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA QUÍMICA Y FARMACIA
UNIDAD DE TITULACIÓN

Presidencia
de la República
del Ecuador

Plan Nacional
de Ciencia, Tecnología,
Innovación y Saberes

senescyt
Sistema Nacional de Educación Superior,
Ciencia, Tecnología e Innovación

REPOSITORIONACIONAL EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA

ANEXO XI.- FICHA DE REGISTRO DE TRABAJO DE TITULACIÓN

TÍTULO Y SUBTÍTULO:	VALIDACION DEL METODO PARA LA DETERMINACION DE ALCALINIDAD EN AGUA POTABLE Y RESIDUAL		
AUTOR(ES) (apellidos/nombres):	ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANIA TOALA PIN ANDREA ALEXANDRA		
REVISOR(ES)/TUTOR(ES) (apellidos/nombres):	Q.F GRIJALVA ENDARA ANA MERCEDES M.Sc. Q.F ZAMORA LABORDE JOSÉ ARCADIO M.Sc.		
INSTITUCIÓN:	UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL		
UNIDAD/FACULTAD:	FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS		
MAESTRÍA/ESPECIALIDAD:			
GRADO OBTENIDO:	TERCER NIVEL-QUÍMICO FARMACEÚTICO		
FECHA DE PUBLICACIÓN:	2020	No. DE PÁGINAS:	149
AREAS TEMATICAS:	GESTIÓN AMBIENTAL		
PALABRAS CLAVES/ KEYWORDS:	Materiales de referencia certificado, validación, método de alcalinidad, características analíticas, ISO 17025:2018		

RESUMEN/ ABSTRACT

La finalidad de este trabajo de titulación es validar el método volumétrico de Alcalinidad 8203 de la marca HACH utilizando materiales de referencia (MRC) que son muestras de agua residual y potable, el siguiente proyecto se va a realizar mediante metodología bibliográfica y experimental. El método será estudiado, evaluado y validado bajo el sistema de gestión de calidad de la norma NTE INEN ISO 17025:2018 en el laboratorio Químico microbiológico. En este proceso se va a determinar y establecer los componentes y características para la validación con el fin de garantizar la calidad de este ensayo; los resultados que se obtengan serán confiables y seguros para quien los solicite, para esto se va a incluir los criterios de aceptación en el laboratorio determinando los valores de incertidumbre en base al diseño experimental del método estudiado. Se va a generar documentación de los protocolos de la validación de este método

ADJUNTO PDF:	SI X	NO
CONTACTO CON AUTOR/ES:	Teléfono: 0988427393 0939264607	E-mail: allison.rogelb@ug.edu.ec andrea.toalapi@ug.edu.ec
CONTACTO CON LA INSTITUCIÓN:	Nombre: FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS	
	Teléfono: (04) 2293680	
	E-mail: www.fcq.ug.edu.ec

**FACULTAD: CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA: QUÍMICA Y FARMACIA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

ANEXO VI.- CERTIFICADO DEL DOCENTE TUTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

Guayaquil, 02 de Octubre del 2020.

**Dra. Q.F. Zoila Luna Estrella, Mgs
DIRECTOR (A) DE LA CARRERA DE QUÍMICA Y FARMACIA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
CIUDAD, GUAYAQUIL**

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el Informe correspondiente a la tutoría realizada al Trabajo de Titulación **"VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA POTABLE Y RESIDUAL"** de las estudiantes: **ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANIA, C.I 0931765556** y **TOALA PIN ANDREA ALEXANDRA, C.I 0931019202** indicando que ha cumplido con todos los parámetros establecidos en la normativa vigente:

- El trabajo es el resultado de una investigación.
- El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.
- El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.
- El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se adjunta el certificado de porcentaje de similitud y la valoración del trabajo de titulación con la respectiva calificación.

Dando por concluida esta tutoría de trabajo de titulación, **CERTIFICO**, para los fines pertinentes, que **ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANIA Y TOALA PIN ANDREA ALEXANDRA** está (n) apto (s) para continuar con el proceso de revisión final.

Atentamente,

Ana Mercedes Grijalva Endara

**Q.F. Ana Mercedes Grijalva Endara M.Sc
TUTORA DE TRABAJO DE TITULACIÓN
C.I. 0912286309**

FACULTAD: CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA: QUÍMICA Y FARMACIA
UNIDAD DE TITULACIÓN

ANEXO VIII.- INFORME DEL DOCENTE REVISOR DEL TRABAJO DE TITULACION

Guayaquil, 17 de octubre del 2020

Dra. Q.F. Zoila Luna Estrella, Mgs.

SUBDECANA DE LA FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL

CIUDAD, GUAYAQUIL

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el informe correspondiente a la REVISIÓN FINAL del Trabajo de Titulación **VALIDACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA POTABLE Y RESIDUAL** de los estudiantes **TOALA PIN ANDREA ALEXANDRA** y **ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANÍA**. Las gestiones realizadas me permiten indicar que el trabajo fue revisado considerando todos los parámetros establecidos en las normativas vigentes, en el cumplimiento de los siguientes aspectos:

Cumplimiento de requisitos de forma:

El título tiene un máximo de 18 palabras.

La memoria escrita se ajusta a la estructura establecida.

El documento se ajusta a las normas de escritura científica seleccionadas por la Facultad.

La investigación es pertinente con la línea y sublíneas de investigación de la carrera.

Los soportes teóricos son de máximo 5 años.

La propuesta presentada es pertinente.

Cumplimiento con el Reglamento de Régimen Académico:

El trabajo es el resultado de una investigación.

El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.

El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.

El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se indica que fue revisado, el certificado de porcentaje de similitud, la valoración del tutor, así como de las páginas preliminares solicitadas, lo cual indica el que el trabajo de investigación cumple con los requisitos exigidos.

Una vez concluida esta revisión, considero que los estudiantes **ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANIA** Y **TOALA PIN ANDREA ELEXANDRA** están aptos para continuar el proceso de titulación. Particular que comunicamos a usted para los fines pertinentes.

Atentamente,

Dr. Q.F. JOSÉ ZAMORA LABORDE M. Sc.

DOCENTE TUTOR REVISOR

C.I. 0907008080

FECHA: 17 de Octubre del 2020

**FACULTAD: CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA: QUÍMICA Y FARMACIA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

ANEXO VII.- CERTIFICADO PORCENTAJE DE SIMILITUD

Habiendo sido nombrada **Q.F. Ana Mercedes Grijalva Endara M Sc.** tutora del trabajo de titulación certifico que el presente trabajo de titulación ha sido elaborado por **ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANIA C.I 0931765556** y **TOALA PIN ANDREA ALEXANDRA C.I 0931019202**, con mi respectiva supervisión como requerimiento parcial para la obtención del título de Químicas y Farmacéuticas.

Se informa que el trabajo de titulación **“VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA POTABLE Y RESIDUAL”**, ha sido orientado durante todo el periodo de ejecución en el programa antiplagio URKUND quedando el **0 %** de coincidencia.

<https://secure.urkund.com/old/view/77116754-727608-529140#q1bKLVayio7VUSrOTM/LTMTMTsXLTIWYmqgFAA>

Ana Mercedes Grijalva Endara

**Q.F. Ana Mercedes Grijalva Endara M. Sc.
TUTORA DE TRABAJO DE TITULACION
C.I. 0912286309**

Fecha: 2 de Octubre del 2020

Urkund Analysis Result

Analysed Document: determinación de alcalinidad en agua potable y residual.docx
(D80608369)
Submitted: 10/3/2020 10:07:00 PM
Submitted By: anagrijalvae@gmail.com
Significance: 0 %

Sources included in the report:

Instances where selected sources appear:

0

Ana Mercedes Grijalva Endara

Q.F. Ana Mercedes Grijalva Endara M. Sc.
TUTORA DE TRABAJO DE TITULACION
C.I. 0912286309
Fecha: 2 de Octubre del 2020

**FACULTAD: CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA: QUÍMICA Y FARMACIA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

Guayaquil, 02 de Octubre del 2020.

APROBACIÓN DEL TUTOR

En calidad de tutora del Trabajo de Titulación, Certifico: Que he asesorado, guiado y revisado el trabajo de titulación en la modalidad de investigación, cuyo título es: **“VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA POTABLE Y RESIDUAL”**, presentado por **ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANIA**, con C.I. No. **0931765556** y **TOALA PIN ANDREA ALEXANDRA**, con C.I. No. **0931019202** y previo a la obtención Del título de Químicas y Farmacéuticas.

Este trabajo ha sido aprobado en su totalidad y se adjunta el informe de Antiplagio del programa URKUND, quedando el 0% de coincidencia. Lo Certifico:

**Q.F. Ana Mercedes Grijalva Endara M. Sc.
TUTORA DE TRABAJO DE TITULACION
C.I. 0912286309
Fecha: 2 de Octubre del 2020**

FACULTAD: CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA: QUÍMICA Y FARMACIA
UNIDAD DE TITULACIÓN

Guayaquil, 17 de Octubre del 2020.

CERTIFICACIÓN DEL TUTOR REVISOR

Habiendo sido nombrado **Q.F. José Zamora Laborde M. Sc.**, tutor revisor del trabajo cuyo título es: **"VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA POTABLE Y RESIDUAL"**, certificó que el presente trabajo de titulación, elaborado por los estudiantes: **ROGEL BUENO ALLISON ESTEFANIA**, con C.I. **093176556** y **TOALA PIN ANDREA ALEXANDRA**, con C.I. **0931019202**; con mi respectiva supervisión como requerimiento parcial para la obtención del título de Químicos y Farmacéuticos, en la Facultad de Ciencias Químicas, ha sido **REVISADO Y APROBADO** en todas sus partes, encontrándose apto para su sustentación.

Q.F. JOSÉ ZAMORA LABORDE M. Sc.
DOCENTE TUTOR REVISOR
C.I. 0907008080
FECHA: 17 de Octubre del 2020

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA DE QUÍMICA Y FARMACIA
UNIDAD DE TITULACIÓN

Guayaquil, 21 de Octubre del 2020.

CERTIFICADO DEL TRIBUNAL ACTA DE REGISTRO DE LA SUSTENTACIÓN FINAL

El tribunal de sustentación del trabajo de titulación de las Srtas. **Rogel Bueno Allison Estefania** con C.I. **0931765556** y **Toala Pin Andrea Alexandra** con C.I. **0931019202**, después de ser examinados en su presentación, memoria científica y defensa oral da por aprobado el trabajo de titulación.

Dr. Q.F. José Zamora Laborde M. Sc
PRESIDENTE DEL TRIBUNAL

Dra. Q.F. Verónica Vega Gordillo M. Sc
DOCENTE MIEMBRO 1 DEL TRIBUNAL

Dr. Q.F. Carlos Silva Huilcapi, Ph.D.
DOCENTE MIEMBRO 2 DEL TRIBUNAL

Ab. Francisco Palomeque Romero, Mgs.
SECRETARIO GENERAL

**FACULTAD: CIENCIAS QUÍMICAS
CARRERA: QUÍMICA Y FARMACIA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

ANEXO XII.- DECLARACIÓN DE AUTORÍA Y DE AUTORIZACIÓN DE LICENCIA GRATUITA INTRANSFERIBLE Y NO EXCLUSIVA PARA EL USO NO COMERCIAL DE LA OBRA CON FINES NO ACADÉMICOS

Nosotras, **ALLISON ESTEFANIA ROGEL BUENO** con C.I. No. **0931765556** y **ANDREA ALEXANDRA TOALA PIN** con C.I. No. **0931019202**, certificamos que los contenidos desarrollados en este trabajo de titulación, cuyo título es **VALIDACIÓN DEL MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA POTABLE Y RESIDUAL**, son de nuestra absoluta propiedad y responsabilidad, en conformidad al **Artículo 114 del CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN**, autorizamos la utilización de una licencia gratuita intransferible, para el uso no comercial de la presente obra a favor de la Universidad de Guayaquil.

Estefanía Rogel B.

ALLISON ESTEFANIA ROGEL BUENO
C.I.No. 0931765556

Andrea Toala.

ANDREA ALEXANDRA TOALA PIN
C.I.No. 0931019202

***CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN (Registro Oficial n. 899 -Dic./2016) Artículo 114.-** De los titulares de derechos de obras creadas en las instituciones de educación superior y centros educativos.- En el caso de las obras creadas en centros educativos, universidades, escuelas politécnicas, institutos superiores técnicos, tecnológicos, pedagógicos, de artes y los conservatorios superiores, e institutos públicos de investigación como resultado de su actividad académica o de investigación tales como trabajos de titulación, proyectos de investigación o innovación, artículos académicos, u otros análogos, sin perjuicio de que pueda existir relación de dependencia, la titularidad de los derechos patrimoniales corresponderá a los autores. Sin embargo, el establecimiento tendrá una licencia gratuita, intransferible y no exclusiva para el uso no comercial de la obra con fines

DEDICATORIA I

A Dios por darme fuerzas y paciencia para alcanzar uno más de mis grandes sueños como es obtener mi título de tercer nivel y poder darle la alegría y orgullo a mi familia.

A mis padres, Justiniano Isidro Toala Pincay y Lidia Edita Pin Chilán, por brindarme siempre su amor incondicional por ser los pilares principales y fundamentales en mi vida, gracias por ayudarme a seguir adelante y poder conseguir este tan esperado título. Gracias por su gran esfuerzo a diario, por creer siempre en mí, por su apoyo incondicional y enseñarme e inculcarme cada uno de los valores, gracias a ustedes soy una mejor persona y seré una profesional de calidad siempre dispuesta a ayudar a los que más lo necesiten.

Andrea Alexandra Toala Pin

DEDICATORIA II

Dedico este trabajo a Dios pues ha sido el que me ha llenado de sabiduría, perseverancia y fuerzas para seguir en cada etapa de la carrera, fue y es mi fortaleza y refugio en todos los momentos que pase.

A mis padres Ennie Mirella Bueno Bueno y Gonzalo Nolberto Rogel Moran que han sido mi pilar y motor para lograr unas de mis metas más anhelada que es ser una profesional, la cual ellos se sientan orgullosos de haberlo logrado porque también esta meta es suya. Gracias padres porque sin su ayuda no fuera la persona que soy hoy ahora, por todo su apoyo, fuerzas y ganas de seguir adelante y ser cada día mejor, por sus consejos en momentos difíciles y críticos, por estar en cada etapa de mi carrera, gracias por creer en mí.

A mi tía Ayde Rogel gracias por ser como una segunda madre, gracias por cada uno de sus consejos por brindarme su ayuda cuando más lo necesite, que en mis momentos difíciles sus palabras de aliento nunca faltaron, por su amor infinito hacia mí y porque jamás dudo de mí.

Allison Estefania Rogel Bueno

AGRADECIMIENTOS

A mis Padres y hermanos por sus consejos y motivación de seguir luchando cada día y por darme la confianza de que todo lo que me propongo lo podré cumplir con perseverancia y mucho esfuerzo.

Dr. Q.F. José Zamora Laborde M. Sc. Por estar siempre dispuesto a ayudar por compartir sus conocimientos y experiencia; gracias por darme la oportunidad y confianza de ingresar a su equipo de trabajo y poder crecer en el ámbito profesional.

Q.F. José Zamora Guevara por ser un buen jefe de laboratorio por su paciencia al guiarnos paso a paso con este proceso quien con su liderazgo, enseñanza y colaboración se logró el desarrollo de este trabajo.

A mi tutora la Dra. Q.F. Ana Grijalva M. Sc. la cual me aportó en este trabajo de tesis toda su experiencia y profesionalismo, que con paciencia supo guiarme durante todo este proceso.

Mis sobrinos y ahijados por darme una felicidad tan grande e incentivarme a seguir adelante y poder ser un ejemplo a seguir de cada uno de ellos.

Wendy Holguín gracias por ser una gran amiga, comadre y hermana por cada uno de tus consejos; gracias por estar presente en los momentos buenos y malos en mi vida.

A mi amiga y compañera de tesis Estefania Rogel gracias por tus consejos y por acompañarme en este duro camino de la carrera; juntas cumpliendo un gran sueño.

Estoy totalmente agradecida con la vida por haber puesto en mi camino a cada uno de mis docentes por enseñarnos mucho de la vida profesional; Q.F. Alexis Pin por compartir sus conocimientos; Jonathan López por brindarme su cariño y motivación y por cada una de las personas que me han brindado su apoyo, sabiduría, amor y cariño.

Andrea Alexandra Toala Pin

AGRADECIMIENTO II

Agradezco completamente a mi familia mis padres, mis hermanos, mis sobrinos, abuelas y mis tías por ser mi motivación para alcanzar una de mis grandes metas, gracias por su amor, comprensión y ganas para poder lograrlo, fue un camino difícil pero con sus palabras y ánimos lo pude lograr.

A mi tutora la Dra. Q.F. Ana Grijalva M. Sc. Por cada una de sus enseñanzas y experiencias en cada etapa del trabajo, por su paciencia y por el amor que pone en cada cosa que hace para que todo salga excelente

Dr. Q.F. José Zamora Laborde M. Sc. quien acepto llevar la asesoría de este trabajo, brindándonos una mano amiga y desinteresada en temas específicos y concretos facilitando la realización de la tesis.; gracias por las oportunidades brindadas mi agradecimiento fraterno.

Q.F. José Zamora Guevara por ser un buen jefe de laboratorio y amigo que gracias a sus conocimientos pudimos ir realizando de manera eficiente este trabajo.

A mi amiga y compañera de tesis Andrea Toala, gracias por cada consejo, motivación y perseverancia desde el inicio hasta el final de esta meta, gracias por tu paciencia y amistad en este largo camino que recorrimos, mi agradecimiento sincero.

A mis Docentes que cada una de sus enseñanzas pude formarme como profesional cada semestre.

A Steeven Palma por sus consejos, amor y apoyo en todo este tiempo, gracias por motivarme hacer mejor y ayudarme a superar en todos los aspectos de mi vida.

Y a cada una de las personas que formaron y forman parte de mi vida en todos estos 5 años de carrera que me ayudaron a crecer como persona.

Allison Estefania Rogel Bueno

ÍNDICE

DEDICATORIA I	I
AGRADECIMIENTOS	XI
AGRADECIMIENTO II	XII
RESUMEN	XX
ABSTRACT	XXI
INTRODUCCIÓN	1
CAPITULO I: PROBLEMA	2
I.1. Planteamiento del problema	2
I.1.1. Problema	2
I.2. Justificación	2
I.3. Hipótesis	3
I.4.1. Objetivo general	3
I.4.2. Objetivos específicos	3
CAPITULO II: MARCO TEÓRICO	5
II.1 Validación de un método analítico	5
II.1.1 Características Analíticas típicas en la validación	5
II.1.2 Componentes de Calidad de datos analíticos	7
II.1.3 Etapas para el desarrollo de un método analítico	7
II.2 Herramientas de validación	8
II.2.1 Blancos	8
II.3 Patrones de Medida	8
II.4 Estadística	9
II.5 Análisis volumétrico	10
II.5.1 Alcalinidad	10
II.5.1 Importancia de la alcalinidad del agua	10
II.5.2 Calidad del agua	11
II.6 Tipos de Agua	11
II.7 Muestras	12
II.7.1 Variaciones en los resultados	12
II.7.2 Tipos de muestra	13
Muestra simple o puntual:	13
II.7.3 Toma de muestra	13
Toma de muestra (Agua Potable)	13
Toma de muestra (Agua Residual)	14
II.8 Manejo y conservación	14

II.8.1 Tipos de recipientes	14
Recipientes de muestras para análisis químicos	15
Recipientes Comunes	16
II.9 Muestreo	16
II.9.1 Llenado del recipiente	16
II.9.2 Refrigeración y congelación de las muestras	17
Conservación de la muestra (Agua potable)	17
Conservación de la muestra, transporte y almacenamiento (Agua Residual) ...	17
Transporte, estabilización y almacenamiento de las muestras	17
II.9.4 Recepción de las muestras en el laboratorio	18
II.10 Rotulado	19
CAPITULO III: MATERIALES Y MÉTODOS	19
III.1. Tipo de investigación	19
III.2. Equipos, Aparatos, Materiales y Reactivos	19
III.2.1. Equipos	19
III.2.2. Aparatos	19
III.2.3. Materiales	20
III.2.4. Reactivos	20
III.4. Metodología Experimental	22
III.4.1. Criterios de aceptación de las muestras	22
III.4.5. Metodología	22
Procedimiento (HACH)	22
III.4.6. Toma de datos	23
III.4.7. Cálculos	23
III.4.8. Criterios para reporte de Resultados.	23
III.4.9. Criterios de aceptación y rechazo de los resultados	24
CAPITULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIONES	24
CONCLUSIONES	34
TABLAS	35
BIBLIOGRAFÍA	36
GLOSARIO	38
ANEXOS	39
IMÁGENES DE EQUIPOS	43
CERTIFICADOS	45
Certificados de reactivos y materiales de referencia certificados	52
Formatos	60

Instructivos	68
Instructivo general	68
Instructivo operativo	70
Fichas de Equipos	72
PROCEDIMIENTOS OPERATIVOS ESTÁNDAR (POE).....	79
INFORME DE VALIDACION – ALCALINIDAD	86
Registros	104
Registro de condiciones ambientales temperatura °c	104
Registro de condiciones ambientales Humedad %	110
Registro de termómetro de refrigeración	116
Registros de verificación del destilador de agua	118
Registro de verificación de Alcalinidad	122
.....	122
Registro de carta control de Materiales de Referencia.....	123
Registro de carta control de duplicados.....	126

INDICE DE TABLAS

<i>Tabla I Operacionalización de variables.....</i>	<i>4</i>
<i>Tabla II Equipos analíticos del laboratorio.....</i>	<i>19</i>
<i>Tabla III Aparatos del laboratorio.....</i>	<i>20</i>
<i>Tabla IV Materiales del laboratorio.....</i>	<i>20</i>
<i>Tabla V Kit de Alcalinidad.....</i>	<i>20</i>
<i>Tabla VI Materiales de referencia certificado.....</i>	<i>21</i>
<i>Tabla VII datos obtenidos durante la validación.....</i>	<i>24</i>
<i>Tabla VIII Resultados Experimentales 500 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>25</i>
<i>Tabla IX Prueba de significación y cálculo de varianzas 500 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>25</i>
<i>Tabla X Cálculo de la incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U) 500 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>26</i>
<i>Tabla XI Precisión del Método 500 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>26</i>
<i>Tabla XII Sesgo Relativo % 500 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>26</i>
<i>Tabla XIII Resultados experimentales 1000 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>26</i>
<i>Tabla XIV Prueba de significación y cálculo de varianzas 1000 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>26</i>
<i>Tabla XV Cálculo de la incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U) 1000 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>27</i>
<i>Tabla XVI Precisión del Método 1000 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>27</i>
<i>Tabla XVII Sesgo Relativo % 1000 mg/L CaCO₃.....</i>	<i>27</i>
<i>Tabla XVIII Resultados experimentales – Agua Residual.....</i>	<i>27</i>
<i>Tabla XIX Prueba de significación y cálculo de varianzas– Agua Residual.....</i>	<i>28</i>
<i>Tabla XX Cálculo de la incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U) - Agua Residual.....</i>	<i>28</i>
<i>Tabla XXI Precisión del Método - Agua Residual.....</i>	<i>28</i>
<i>Tabla XXII Resultados experimentales - Agua de llave.....</i>	<i>28</i>
<i>Tabla XXIII Prueba de significación y cálculo de varianzas- Agua de llave.....</i>	<i>28</i>

Tabla XXIV Cálculo de la incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U) - Agua de llave	29
Tabla XXV Precisión del Método - Agua de llave	29
Tabla XXVI Resultados experimentales -QC 42	29
Tabla XXVII Prueba de significación y cálculo de varianzas- QC 42	29
Tabla XXVIII Cálculo de la incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)- QC 42	30
Tabla XXIX precisión del método - QC 42	30
Tabla XXX Sesgo Relativo % QC-42 mg/L CaCO₃	30
Tabla XXXI Resultados experimentales - QC 71,1 mg/L CaCO₃	30
Tabla XXXII Prueba de significación y cálculo de varianzas - QC 71,1 mg/L CaCO₃	30
Tabla XXXIII Cálculo de la incertidumbre estándar (up), media e incertidumbre expandida (U)- QC 71,1 mg/L CaCO₃	31
Tabla XXXIV Precisión del método - QC 71,1 mg/L CaCO₃	31
Tabla XXXV Resultados finales obtenidos en la validación	32
Tabla XXXVI Rango (Mg/L) CaCO₃	35
Tabla XXXVII Composición de muestras	35
Tabla XXXVIII NTE INEN 2169 Técnicas generales para la conservación de muestras - análisis fisicoquímico	35

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Diagrama Causa-Efecto	9
---	---

INDICE DE ANEXOS

Anexo A material de vidrio (Fiolas)	39
Anexo B Kit de Alcalinidad	39
Anexo C Quality Control 42 y 71,1 mg/L Caco₃	39
Anexo D Preparación de QC	39
Anexo E Toma de pH y Temperatura	40
Anexo F Preparación de la muestra para determinar Alcalinidad	40
Anexo G Valoración de Alcalinidad	40
Anexo H Valoración final para Alcalinidad	41
Anexo I Bromcresol verde-metil y Polvo indicador de Phenolphthlein	41
Anexo J Material de Referencia Certificado 500 mg/L y 1000 mg/L de CaCO₃	41
Anexo K Preparación de la solución de QC 42 mg/L CaCO₃	42
Anexo L Preparación de la solución de QC- 71,1 mg/L CaCO₃	42
Anexo M Titulador Digital JZ-EQ-29	43
Anexo N Termohigrometro JZ-EQ-20	43
Anexo O Refrigeradora JZ-EQ-19	43
Anexo P Destilador de agua destilada JZ-EQ-42	44
Anexo Q Termocupla JZ-EQ-43	44
Anexo R Control de Temperatura	44
Anexo S certificado de calibración del termómetro digital JZ-EQ-43	45
Anexo T Certificado de calibración de probeta graduada	46
Anexo U certificado de calibración del termohigrometro JZ-EQ-20	47
Anexo V Calibración y mantenimiento del pHmetro JZ-EQ-01-00	49
Anexo W Ácido sulfúrico 0.1600N	52
Anexo X Ácido sulfúrico 1.600N	53
Anexo Y Quality Control 71.2 mg/L	54

Anexo Z Quaty Control 42mg7L	55
Anexo AA Material de Referencia Certificado 1000 mg/L CaCO₃	56
Anexo BB Material de Referencia Certificado 500 mg/L CaCO₃	57
Anexo CC Bromcresol Green - Methyl - Red Indicator Powder	58
Anexo DD Indicador de Phenolphthalein	59
Anexo EE FOR-LAB-33 R01 Carta control de condiciones ambientales % HUMEDAD	60
Anexo FF FOR-LAB-33 R01 Carta control de condiciones ambientales°C TEMPERATURA	61
Anexo GG FOR-LAB-36 R01 Registro del destilador de agua	62
Anexo HH FOR-LAB-37 R01 Carta control de temperatura de refrigeradora	63
Anexo II FOR-LAB-12 .R01 Hoja de toma de datos validación de métodos	64
Anexo JJ FOR-LAB-38 R01 Registro de verificación de alcalinidad	65
Anexo KK FOR-LAB-40 Hoja de trabajo para Alcalinidad	66
Anexo LL LAB-41 CARTA DE CONTROL DE DUPLICADOS ALCALINIDAD	67
Anexo MM IG-JZ-01 R01 Lavado de materiales	68
Anexo NN IG-JZ-03 R02 Toma y transporte de muestras de agua	69
Anexo OO IO-JZ-10 R01 Instructivo destilador de agua	70
Anexo PP IO-JZ-11 R01 Instructivo manejo del titulador digital	71
Anexo QQ Ficha de equipo Medidor de pH	72
Anexo RR Ficha de equipo Sonda de pH	73
Anexo SS Ficha de Refrigeradora	74
Anexo TT Ficha de Termohigrometro	75
Anexo UU Ficha del titulador digital	76
Anexo VV Ficha del Destilador de agua	77
Anexo WW Ficha del Termómetro de refrigeración	78

ABREVIATURAS

MRC: material de referencia certificado

pH: potencial de Hidrogeno

LOQ: Límite de Cuantificación

LOD: Límite de Detección

IDR: Informe de resultados

INEN: Instituto Ecuatoriano de Normalización

RPD: Desviación Relativa de Duplicados

ANOVA: Análisis de varianza

Símbolos estadísticos

S: Desviación estándar de la muestra

S²: Varianza

n: Número de elementos

p: Números de grupos

$\bar{X}$: Media

U(x): Incertidumbre estándar

Sd: suma de cuadrados dentro

Se: suma de cuadrados entre

U: Incertidumbre

U%: Porcentaje de Incertidumbre

RSDr: Repetibilidad

RSDR: Reproducibilidad

Up: Incertidumbre estándar

St²: suma de cuadrados total al cuadrado

F. calculado: factor calculado

F. crítico: factor crítico

SS: suma de cuadrados

MSe: Cuadrado medio del error

ne: grados de libertad

MSd: Desviación cuadrática media

RESUMEN

La finalidad de este trabajo de titulación es validar el método volumétrico de Alcalinidad 8203 de la marca HACH utilizando materiales de referencia (MRC) que son muestras de agua residual y potable, el siguiente proyecto se va a realizar mediante metodología bibliográfica y experimental. El método será estudiado, evaluado y validado bajo el sistema de gestión de calidad de la norma NTE INEN ISO 17025:2018 en el laboratorio Químico microbiológico. En este proceso se va a determinar y establecer los componentes y características para la validación con el fin de garantizar la calidad de este ensayo; los resultados que se obtengan serán confiables y seguros para quien los solicite, para esto se va a incluir los criterios de aceptación en el laboratorio determinando los valores de incertidumbre en base al diseño experimental del método estudiado. Se va a generar documentación de los protocolos de la validación de este método.

Palabras claves: Materiales de referencia certificado, validación, método de alcalinidad, características analíticas, ISO 17025:2018.

ABSTRACT

The purpose of this titration work is to validate the HACH brand 8203 alkalinity volumetric method using reference materials (MRC) that are samples of residual and drinking water, the following project will be carried out using bibliographic and experimental methodology. The method will be studied, evaluated and validated under the quality management system of the NTE INEN ISO 17025: 2018 standard in the JOZALABSA S.A. Chemical Laboratory. In this process, the components and characteristics for the validation will be determined and established in order to guarantee the quality of this test; the results obtained will be reliable and safe for those who request them, for this the acceptance criteria in the laboratory will be included, determining the uncertainty values based on the experimental design of the method studied. Documentation of the validation protocols for this method will be generated.

Key words: Certified reference materials, validation, alkalinity method, analytical characteristics, ISO 17025: 2018

INTRODUCCIÓN

La necesidad de cumplir con las normativas nacionales e internacionales en todas las áreas de análisis nos lleva a determinar metodologías fiables, es decir validadas para garantizar y mantener la calidad de los resultados. La validación de un método se realiza para la obtención de pruebas documentadas, mediante estudios sistemáticos de laboratorio, que demuestren que el método de análisis es lo suficientemente confiable para producir el resultado previsto dentro de los intervalos definidos. Este proceso permite el conocimiento de las características de funcionamiento del método y proporciona un alto grado de confianza en el mismo.

La validación de un método analítico es un procedimiento para establecer por medio de estudios de laboratorio una base de datos que demuestren científicamente que el método tiene las características de desempeño (exactitud, precisión, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación, linealidad) que son adecuadas para cumplir los requerimientos de las aplicaciones analíticas pretendidas para validar el método volumétrico de alcalinidad 8203 marca HACH que se dará a cabo en el laboratorio Químico Microbiológico.

El propósito del laboratorio es seguir produciendo resultados de alta calidad y confiabilidad, garantizar que el proceso de medición es exacto, confiable y adecuado para la determinación de alcalinidad en agua potable y residual utilizando materiales de referencia certificados (MRC), este proceso se dará bajo el sistema de gestión de calidad de la norma NTE INEN ISO 17025:2018 lo cual evidencia la calidad del método en los resultados obtenidos. Por último se generan protocolos de validación con el propósito de establecer la evidencia objetiva y permitir un examen periódico del método.

CAPITULO I

I.1. Planteamiento del problema

Validar el método analítico para la determinación de alcalinidad en agua potable y residual para desempeñar las características de validación y proporcionar resultados confiables.

I.1.1. Problema

¿Será posible que el método volumétrico cumple con las características de validación para la determinación de alcalinidad en agua potable y residual?

I.2. Justificación

El cumplimiento de normativas en todas las áreas de análisis es muy importante para determinar métodos confiables (es decir, validados y certificados), que puedan garantizar la calidad de los resultados.

Los laboratorios deben demostrar que sus métodos analíticos proporcionan resultados confiables y adecuados, muchas de las decisiones que se toman están basadas en los resultados, y es de gran importancia contar con la validación de métodos.

La validación de un método analítico se considera una herramienta competitiva para los laboratorios ya que proporcionarían resultados fiables y que generen confianza al cliente

El siguiente proyecto de titulación se evaluará y validará el método de alcalinidad 8203 HACH para agua potable y residual utilizando materiales de referencia certificados con el fin de obtener resultados confiables y seguros para quien los solicite, este proceso de validación del método analítico se va a realizar en el Laboratorio Químico Microbiológico.

Como beneficio el laboratorio identifica y selecciona oportunidades de mejora dando los recursos necesarios y capacitando a su personal para la implementación de métodos analíticos validados y así poder satisfacer las necesidades de sus clientes en los resultados

I.3. Hipótesis

Validar el método analítico de alcalinidad para demostrar que los IDR que se realizan con respecto a la determinación volumétrica de alcalinidad en agua residual y potable son confiables.

I.4. Objetivos

I.4.1. Objetivo general

Validar el método analítico 8203 de HACH por medio de parámetros de validación para determinar alcalinidad en agua potable y residual.

I.4.2. Objetivos específicos

- ❖ Validar el método analítico de Alcalinidad HACH 8203 mediante una técnica volumétrica.
- ❖ Establecer los parámetros de calidad en la validación del método analítico para la determinación de alcalinidad en agua potable y residual.
- ❖ Generar la documentación correspondiente en la validación para satisfacer las necesidades de la aplicación del método.

CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

II.1 Validación de un método analítico

El proceso de establecer las características de desempeño de un método a través de la investigación de laboratorio que debe cumplir con los requisitos de la aplicación analítica planificada para la verificación. (Rodríguez, 2017)

La validación nos va a permitir demostrar mediante evidencia objetiva que un método es adecuado para el uso previsto. Debe validarse el desempeño y estimar la incertidumbre del resultado para un determinado nivel de confianza. (España E. , 2016)

II.1.1 Características Analíticas típicas en la validación

- Linealidad
- Especificidad
- Límite de Detección
- Límite de cuantificación
- Precisión
- Intervalo de trabajo
- Exactitud

Linealidad

La linealidad de un método analítico es la capacidad en donde se van a obtener resultados que sean proporcionales ya sea directamente, o por medio de una transformación matemática bien definida, a la concentración del analito analizado en muestras de un intervalo proporcionado. (Rodríguez, 2017)

Especificidad

Es la capacidad de evaluar el analito bajo investigación en presencia de interferencias esperadas. Normalmente estas interferencias pueden incluir impurezas o contaminantes, productos de degradación, etc. (Briones, 2009)

Limite de Cuantificacion

La norma ISO/IEC 17025 establece que los laboratorios deben verificar o validar los métodos por lo que se debe determinar los límites de detección y cuantificación. El límite de cuantificación es la cantidad más pequeña del analito en una muestra, puede ser cuantitativamente determinada con un nivel de exactitud y precisión aceptable de repetibilidad y veracidad. (Delgado, 2017)

Límite de detección

Es la mínima concentración del analito o sustancia química que se puede detectar cuando se aplica un método para el análisis de una muestra, con un nivel de confianza determinado. (Quinto & Ramos, 2015)

Precisión

Refleja la medida en que los valores de una serie repetida de ensayos analíticos que se realizan sobre una muestra homogénea que son semejantes entre sí. (Carr, 2018)

Repetibilidad

Es cuando se desarrolla bajo las mismas condiciones, utilizando la misma muestra analizada por el mismo analista, en el mismo lugar de trabajo, con los mismos equipos y reactivos durante una misma sección de trabajo en un período corto. (Aranda, 2003)

Reproducibilidad

Es la coincidencia o proximidad entre los resultados de mediciones del mismo mensurando, los resultados de ensayos realizados sobre la misma muestra homogénea, pero ejecutados por diferentes analistas en días diferentes y bajo condiciones de medición diferentes. (Matos, 2011)

Robustez (tolerancia)

Es la capacidad de una medida estadística en los parámetros de la validación que nos proporciona confiabilidad en los resultados; Es el grado de reproducibilidad de resultados que se obtienen mediante la ejecución del método sobre una misma muestra variando algunas condiciones operacionales en el análisis (Alvarado, 2010)

Intervalo de trabajo

Es el rango en el cual el método aporta resultados con una incertidumbre tolerable; El intervalo inferior está determinado por el límite de cuantificación, mientras que el intervalo superior se define por las concentraciones que presentan anomalías significativas en el estudio analítico. (España E. , 2016)

Exactitud

Nos va a indicar la capacidad que tiene un método analítico en obtener resultados aceptables si se encuentran próximos al valor real o verdadero, es calculado como el porcentaje de analito recuperado o por la diferencia entre el valor obtenido y el valor real evaluado estadísticamente. (González Hernández, 2011)

Incertidumbre

La incertidumbre es un valor que se determina en validaciones de métodos cuantitativos, se define como un parámetro asociado con los resultados de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que se puede atribuir razonablemente al mensurando. La incertidumbre se puede definir como la probabilidad o el nivel de confianza. Generalmente corresponde a la desviación típica o la raíz cuadrada de la varianza del mensurando como la magnitud que se intenta medir. (Alvarado, 2010)

II.1.2 Componentes de Calidad de datos analíticos

1. Verificación de los materiales de referencia
2. Calificación de los instrumentos analíticos
3. Validación del método analítico
4. Pruebas de aptitud del sistema

II.1.3 Etapas para el desarrollo de un método analítico

1. Búsqueda bibliográfica
2. Definir condiciones
3. Equipos
4. Reactivos
5. Muestreo

6. Validar

II.2 Herramientas de validación.

II.2.1 Blancos

Los blancos de medida nos van a permitir evaluar cuanta señal de medida se atribuye al analito, existen dos tipos de blancos:

Blancos de Reactivos: Son los que se utilizan durante el proceso analítico (incluyendo disolventes para extracción o disolución) se analizan para determinar si contribuyen a la señal de la medida.

Blancos de Muestra: Son dificultosos para obtenerlos, pero se debe hacer una estimación real de la interferencia que puede ocurrir en el análisis. Son muestras de matriz sin analito. (Teran, 2016)

II.3 Patrones de Medida

Se identifican con soluciones de sustancias individuales, pero en la práctica puede ser todo aquello en lo cual ha sido caracterizado como un parámetro o propiedad particular, puede emplearse como referencia metrológica. (España E. , 2016)

Material de referencia

Se utilizan en la calibración del sistema de medición (por ejemplo, disoluciones tampones para la calibración de potenciómetros o pHmetros) o como patrón de comparación en las determinaciones del analito. (Alvarado, 2010)

Material de Referencia Certificado

Es un material de referencia acompañado por su correspondiente documentación la cual es emitida por un organismo autorizado y certificado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos. (Palacios, 2018)

¿Para qué se utilizan los materiales de referencias?

- calibrar y/o verificar patrones y equipos de medición

- validar métodos analíticos
- comprobar la exactitud de los resultados
- comprobar el desempeño de un laboratorio o un analista
- asignar valores e incertidumbres de medición de magnitudes del mismo tipo, a otros materiales.

II.4 Estadística

Para verificar un método de análisis, lo más importante es utilizar técnicas estadísticas para agrupar los datos obtenidos y realizar un análisis objetivo de las diferencias entre los conjuntos de datos (prueba de importancia); el analista debe estar familiarizado con los elementos básicos de la teoría estadística para ayudar a evaluar la precisión, la desviación, el rango lineal, LOD, LOQ y la incertidumbre de la medición. (España E. , 2016)

Diagrama de Ishikawa causa- Efecto

Figura 1 Diagrama Causa-Efecto

Fuente: (Autores, 2020)

II.5 Análisis volumétrico

II.5.1 Alcalinidad

Es la capacidad para neutralizar ácidos y constituye la suma de todas las bases titulables. Se debe fundamentalmente a su contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos aunque otras sales o bases también contribuyen a la alcalinidad. (Londoño, 2010)

Este método para la determinación de alcalinidad por volumetría es aplicable a todo tipo de muestras de agua. (Severiche, Castillo, & Acevedo, 2013)

La Alcalinidad en la mayor parte de las aguas naturales está determinada principalmente por el sistema Carbonato. Es decir:

Como la mayor parte de las aguas naturales presentan valores de pH entre 6 y 9, y la principal especie que contiene H_2CO_3 en este intervalo es el HCO_3^- la alcalinidad se equipara a la concentración de Bicarbonato.

No sólo representa el principal sistema amortiguador (tampón, buffer) del agua dulce, también desempeña un rol en la productividad de cuerpos de agua naturales, sirviendo como una fuente de reserva de CO_2 para la fotosíntesis. Internacionalmente se acepta una alcalinidad de rango mínimo de 20 mg de CaCO_3/L para mantener la vida acuática. Cuando el agua tiene alcalinidad inferior se vuelve muy sensible a la contaminación, ya que no tiene capacidad para oponerse a las modificaciones que generen disminuciones del pH. (Goyenola, 2017)

II.5.1 Importancia de la alcalinidad del agua

La determinación de la alcalinidad es de suma importancia en los procesos de potabilización del agua ya que la eficiencia del proceso de coagulación depende principalmente de este parámetro; en el antiguo proceso de ablandamiento químico del agua la medida de la alcalinidad es imprescindible para determinar las cantidades necesarias de cal y carbonato de sodio para lograr la precipitación de las sales de calcio y magnesio. (HACH COMPANY, 2000)

II.5.2 Calidad del agua

La Calidad del agua es un término utilizado para describir las características químicas, físicas y biológicas del agua. La calidad del agua va a depender del uso al cual se le vaya a dar. (Perlman, 2017)

El impacto humano en los sistemas acuíferos ha originado problemas de control de calidad del agua. Bacterias y microorganismos han invadido a los suministros del agua potable, causando un sin número de enfermedades a los seres vivos. (Perlman, 2017)

II.5.3 Interferencias

Para la determinación de alcalinidad existen un sin número de interferencias al igual que para la acidez, durante la toma de muestras, desde el almacenaje e incluso la valoración, se pueden perder o ganar gases disueltos que van a contribuir a la alcalinidad. Es conveniente reducir estos efectos, titulando inmediatamente después de abrir el recipiente, no agitar o mezclar vigorosamente el envase de la muestra y no dejar que alcance una temperatura superior a la de recolección. Acopie las muestras en botellas de plástico o vidrio limpias. Llénelas completamente y ajuste bien la tapa. (HACH COMPANY, 2000).

Si las muestras son fuertemente coloreadas o turbias puede enmascarse el cambio de color en el punto final y se recomienda utilizar el método potenciométrico.

II.6 Tipos de Agua

El agua es un recurso natural imprescindible está en el epicentro del desarrollo sostenible y es fundamental para el desarrollo socioeconómico, la energía y la producción de alimentos. (Domínguez, 2016)

Agua Potable

Se denomina agua potable o agua apta para el consumo de los humanos ya que puede ser consumida sin restricción para beber o preparar alimentos y sin que exista peligro para la salud. (Villacis, 2017)

Aguas residuales

Son cualquier tipo de agua cuya calidad está afectada negativamente por la influencia antropogénica. Estas incluyen las aguas usadas, domésticas, urbanas y los residuos líquidos industriales o mineros eliminados, o las aguas que se mezclaron con las anteriores (aguas pluviales o naturales). (Nuñez, 2014)

II.7 Muestras

El agua potable especialmente las aguas residuales, puede variar en diversos grados desde el momento del muestreo hasta el momento de su uso debido a posibles reacciones (ya sean físicas, químicas o biológicas); La naturaleza y velocidad de estas reacciones deben garantizar que la concentración en la muestra se determine antes y durante el transporte de la muestra y durante el tiempo que la muestra se mantiene en el laboratorio antes del análisis. (Ideam, 1999)

Se pueden tomar muestras puntuales para instituir un programa de muestreo más amplio; Las muestras puntuales son indispensable cuando la finalidad del programa de muestreo es evaluar si la calidad del agua cumple con los límites o se aparta del promedio de calidad. (INEN, 2013)

II.7.1 Variaciones en los resultados

Se pueden presentar algunas de ellas, entre las más habituales están los siguientes:

a) Ciertas bacterias, algas y otros microorganismos consumen los elementos presentes en la muestra. Cambiar la naturaleza de los ingredientes para crear nuevos ingredientes; este proceso biológico afecta a los siguientes organismos, que incluyen: oxígeno disuelto, dióxido de carbono, compuestos de nitrógeno, fósforo y, a veces, incluye contenido de silicio. . (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013)

b) Algunos compuestos pueden ser oxidados por el oxígeno disuelto contenido en las muestras o por el oxígeno atmosférico, por ejemplo: compuestos orgánicos, hierro (II), sulfuros, etc. (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013)

II.7.2 Tipos de muestra

Son utilizados para indicar la calidad del agua, los datos analíticos obtenidos en la determinación de parámetros analíticos como: las concentraciones de material inorgánico, minerales o químicos disueltos, gases disueltos, materia orgánica disuelta y materia en suspensión en el agua o en el sedimento en un tiempo y lugar específico.

Se debe separar las muestras que van a ser utilizadas en los análisis químicos, microbiológicos y biológicos, ya que el proceso y el equipo para la recolección y manejo de las muestras es distinto. (INEN, 2013)

Muestra simple o puntual:

La muestra representa la composición del cuerpo de agua original para el lugar, tiempo y circunstancias particulares en las que se realizó su recolección. En tales circunstancias, un cuerpo de agua puede estar representado por muestras simples, como en el caso de algunas aguas de suministro, agua potable, pocas veces, efluentes residuales.

Cuando se sabe que un cuerpo de agua cambia con el tiempo, las muestras simples tomadas a intervalos de tiempo precisados, y analizadas por separado, deben anotar la extensión, frecuencia y duración de las variaciones durante el muestreo. Es importante escoger los intervalos de muestreo de acuerdo con la frecuencia esperada de los cambios, ya que puede variar desde tiempos tan cortos como 5 minutos hasta 1 hora o más. (Ideam, 1999)

II.7.3 Toma de muestra

Toma de muestra (Agua Potable)

- Identificar la muestra, el sitio de muestreo, abrir la llave y dejar correr el agua por un tiempo de 3 minutos, o el que se considere necesario para purgar adecuadamente las tuberías. El agua que persiste estancada en ella está más expuesta de llevar patógenos o acumular suciedad y sedimentos, por lo que se recomienda dejar correr el agua por un tiempo, esto garantiza una toma de muestra más reciente del sistema de distribución y más apartada de las contaminaciones del ambiente.

- Siguiendo el procedimiento del muestreo, cerca del orificio de salida del agua despegar el sello de seguridad de la bolsa, esto con el fin de reducir al mínimo la posibilidad de una contaminación en la muestra por un factor externo.
- Proceder a tomar de la muestra, una vez recolectadas se las colocará en hielera con bolsas refrigerantes o bolsas de hielo, para su transporte al laboratorio, cuidando no congelar las muestras. Todos los recipientes deberán estar bien cerrados e identificados para evitar confusión. (Cejas, 2016)

Toma de muestra (Agua Residual)

- Tomar muestras con el agua de mayor pureza (es decir, la concentración de agua más baja) hasta alcanzar la concentración más alta; Esto significa que si desea tomar 3 muestras de la planta de tratamiento de aguas residuales: la primera en las aguas residuales o salida de la planta de tratamiento de aguas residuales, la segunda en el medio del sistema de tratamiento, y finalmente una muestra después del pretratamiento, se recomienda que Esto ya está hecho. Evite errores y contaminación durante la recolección de muestras.
 - Siempre tomar la muestra en la mitad del flujo de agua. No se debe tocar el fondo o las paredes. Si se toca el fondo, los sedimentos pueden ocasionar malos resultados. Al contrario, el flujo superior puede contener menos partículas que causan malos resultados.
 - Tome la muestra en contracorriente.
 - Para que las muestras de diferentes días sean comparables, tomarlas en el mismo lugar de la misma manera. (Bejerano, 2015)

II.8 Manejo y conservación

II.8.1 Tipos de recipientes

El recipiente adecuado que va a contener la muestra, y la tapa, no debe:

- a) Ser causante de contaminación por componentes inorgánicos del recipiente de vidrio (entre los que se puede mencionar están: los de borosilicato

o los de sodio-cal, pueden aumentar el contenido de compuestos químicos como el silicio y sodio), metales y compuestos orgánicos de los plásticos. Ciertas tapas coloreadas pueden contener niveles significativos de metales pesados.

b) Reaccionar con algunos compuestos de la muestra (por ejemplo: los fluoruros reaccionan con el vidrio).

c) Es recomendable separar un juego de recipientes para las determinaciones especiales de forma que se disminuya al mínimo los riesgos de contaminación cruzada.

e) Las precauciones son importantes en cualquier caso, para evitar que los recipientes que anteriormente hayan estado en contacto con muestras de mayor concentración de algún elemento, contaminen posteriormente a muestras de baja concentración. Los recipientes desechables son adecuados para prevenir este tipo de contaminación.

f) Otros factores a ser considerados son la resistencia a temperaturas extremas, resistencia a la rotura del envase, facilidad de sellado y apertura, tamaño, forma, peso, disponibilidad, costo y limpieza. (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013)

Recipientes de muestras para análisis químicos

- Los recipientes usados para análisis fisicoquímico son de vidrio y plástico con un volumen mínimo de 1 L y tapa rosca hermética.
- El envase de vidrio debe ser neutro para evitar que aumente la concentración de sílice o sodio y de color marrón para disminuir la actividad fotosensible.
- Los envases de vidrio nuevos se lavan con agua y detergente para descartar alguna impureza o eliminar el polvo, luego se lavan con jabón neutro y se enjuagan con agua destilada.
- Los recipientes plásticos deben ser de polietileno, policarbonato o teflón. Se utilizan para determinar sustancias inorgánicas que pueden absorber hidrocarburos.

- Limpie el recipiente de polietileno llenándolo con una solución de ácido nítrico al 10% o una solución de ácido clorhídrico 1 M durante 30 minutos y enjuagando con agua destilada o desionizada. (Meq, 2015)

Recipientes Comunes

Los recipientes comunes que se utilizan para un muestreo son las botellas de polietileno y las de vidrio que son de boro silicato, para la toma de muestras en las que se realizará el análisis de los parámetros físicos y químico.

Otros materiales que son químicamente más inertes para este tipo de envases son: politetrafluoroetileno (PTFE), son preferidos pero su uso no está muy extendido en los análisis de rutina.

La tapa de tornillo, en las botellas de boca ancha se debe acoplar con tapas y tapones de plástico inerte o tapones de vidrio esmerilado (propenso a trabarse con las soluciones alcalinas). Si las muestras son transportadas en caja al laboratorio para los análisis, la tapa de la caja debe ser construida para prevenir el aflojamiento de los tapones, lo que puede producir derramamientos y/o contaminación de la muestra. (INEN, 2013)

II.9 Muestreo

II.9.1 Llenado del recipiente

En las muestras de agua potable y residual se va a llenar los envases completamente y se los tapa de manera que no exista aire sobre la muestra. Esto reduce la interacción de la fase gaseosa y la agitación durante el transporte (así se previene la modificación del contenido de dióxido de carbono y la variación del valor del pH, los bicarbonatos no se conviertan a la forma de carbonatos precipitables; el hierro tiende a oxidarse menos, evitando las variaciones de color, etc.). (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013)

Las muestras que se van a congelar como método de conservación, no se deben llenar completamente. (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013)

II.9.2 Refrigeración y congelación de las muestras

Las muestras que necesiten refrigeración se deben conservar a temperaturas más bajas que la temperatura a la cual se recolectó.

La refrigeración de las muestras es útil si se la realiza inmediatamente luego de la recolección de la muestra. Se debe usar, cajas térmicas o refrigeradores de campo desde el punto del muestreo. (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013)

Conservación de la muestra (Agua potable)

Para una buena conservación de la muestra, si no cuenta con ningún reactivo, solamente será necesario transportar sus muestras refrigeradas de 4 a 10° C.

Conservación de la muestra, transporte y almacenamiento

(Agua Residual)

- Para conservar las muestras de aguas residuales hay que enfriarlas a una temperatura inferior a 0 °C y 4 °C. La mayoría de muestras enfriadas a esta temperatura y almacenadas en la oscuridad, son estables hasta por 24 h.
- Para ciertas determinaciones, la estabilidad a largo plazo se puede tener mediante congelamiento (a una temperatura menor a -18 °C).
- El laboratorio responsable de los análisis de las muestras debería siempre ser consultado con relación a la selección del método de conservación y posterior transporte y almacenamiento. (Instituto de Hidrología, 2014)

Transporte, estabilización y almacenamiento de las muestras

La temperatura de la muestra se mide y se registra en el sitio de muestreo. Los parámetros físicos como pH se deberán determinar lo más pronto posible cuando lleguen al laboratorio para su respectivo análisis.

Es importante que los contenedores estén sellados herméticamente y protegidos de la luz y el calor excesivo, para que las características de la muestra no se deterioren debido al intercambio de gas, las reacciones químicas y al metabolismo de los organismos que pueden estar presentes.

Se debe asegurar que las muestras que no se puedan analizar rápidamente sean estabilizadas. Para ello se puede aplicar un enfriamiento a 4 °C; para períodos más largos, se recomienda congelar a -20 °C.

En este último caso, se asegura que la muestra esté descongelada completamente antes de su uso, ya que el proceso de congelación puede tener el efecto de concentrar algunos componentes en la parte interna de la muestra, que es la última en congelarse. (Instituto de Hidrología, 2014)

II.9.3 Transporte de las muestras

- Es necesario cuidar la integridad de la muestra desde su recolección hasta el análisis de la misma , por eso se debe seguir:
- En el momento del transporte de la muestra se debe revisar que los recipientes estén correctamente tapados para evitar posibles derrames o contaminación.
- Empacar los frascos en cajas que estén refrigeradas a 4°C y protegidas de la luz. Tomar las medidas necesarias para prevenir contaminación por el refrigerante.
- Entregar inmediatamente las muestras con su identificación al laboratorio, teniendo en cuenta que para aguas potables no deben transcurrir más de 24 horas entre la recolección y llegada al laboratorio.
- Coordinar la realización del análisis para el día de llegada de las muestras. (Meq, 2015)

II.9.4 Recepción de las muestras en el laboratorio

Al arribo al laboratorio, las muestras deben, si su análisis no es posible inmediatamente, deben ser conservadas bajo condiciones que eviten cualquier contaminación externa y que prevengan cambios en su contenido.

Es recomendable para este propósito el uso de refrigeradoras o de lugares fríos. En todos los casos y especialmente cuando se requiera establecer la cadena de custodia es necesario verificar el número recibido, contra el registro

del número de recipientes enviados por cada muestra. (Instituto Ecuatoriano de Normalización, 2013)

II.10 Rotulado

Todas las muestras deben etiquetarse para evitar confusiones o identificaciones erróneas. Debe utilizarse una etiqueta diseñada para este fin u otra etiqueta que contenga la misma información dispuesta de la misma manera. Los datos que debes incluir son:

- Número de muestra.
- Fecha y hora.
- Identificación del punto de muestreo.

Las etiquetas se cumplimentarán (con rotulador de tinta indeleble) y se adherirán a la botella en el momento de la toma. . (España I. T., 2015)

CAPITULO III: MATERIALES Y MÉTODOS

III.1. Tipo de investigación

Los tipos de investigación empleados en dicha investigación son bibliográfica y experimental

III.2. Equipos, Aparatos, Materiales y Reactivos

III.2.1. Equipos

Tabla II Equipos analíticos del laboratorio

Código	Descripción	Características
JZ-EQ-01-00	Potenciómetro	Equipo Analítico
JZ-EQ-01-01	Sonda de pH	Equipo Analítico
JZ-EQ-42	Equipo de Destilación	Equipo Analítico
JZ-EQ-19	Refrigeradora	Equipo Analítico

Fuente: (Autores)

III.2.2. Aparatos

Tabla III Aparatos del laboratorio

Código	Descripción	Características
JZ-EQ-29	Titulador digital	Equipo Analítico
JZ-EQ-20	Termo higrómetro	Equipo Analítico
JZ-EQ-43	Termómetro refrigeración (termocupla)	Equipo Analítico

Fuente:(Autores)

III.2.3. Materiales

Tabla IV Materiales del laboratorio

Código	Descripción	Características
MV-02	Probeta (100 ml)	Material
MV-15	Fiola (250 ml)	Material
MV-22	vaso de precipitación	Material
----	Piceta	Material

Fuente:(Autores)

III.2.4. Reactivos

Tabla V Kit de Alcalinidad

Código	Descripción	Características
-----	Agua Destilada o desionizada tipo II	Reactivo analítico
R-102	Bolsas de polvo rojo de metil verde de bromocresol. (cat 94399-LM)	Reactivo analítico
R-101	Bolsas de polvo de fenolftaleína (cat 94299-LM)	Reactivo analítico

R-104	Cartucho de titulación de ácido sulfúrico de 1,600 N (cat. 1438901 –LM)	Reactivo analítico
R-103	Cartucho de titulación de ácido sulfúrico de 0,1600 N (Cat 1438801-LM)	Reactivo analítico

Fuente:(Autores)

Materiales de Referencia Certificado

Tabla VI Materiales de referencia certificado

Código	Descripción	Características
MR-19	Alcalinidad, CaCO ₃ 500 mg/L Marca Sigma Aldrich Lote: LRAC4437	Reactivo analítico
MR-20	Alcalinidad, CaCO ₃ 1000 mg/L Marca Sigma Aldrich Lote: LRAB9087	Reactivo analítico

Fuente:(Autores)

Quality Control

Material de prueba de competencia (PROFICIENCY TESTING MATERIAL)

- Marca Sigma Aldrich 71 mg/L CaCO₃ PE1041-1KT Lote: LRAB2947
- Marca Sigma Aldrich 42 mg/L CaCO₃ PE1304-1KT Lote: LRAB2947

Agua destilada

De acuerdo con la norma ISO 3696 el pH está comprendido entre 5,00 y 7,50

El pH se debe verificar antes de usar el agua en la determinación del análisis. Si no se encuentra en los intervalos establecidos el agua debe redestilarse. (NTE. INEN-ISO 3071, 2014)

III.3. Muestra

El procedimiento es aplicable en muestras de Agua: potable y residuales, utilizando el método volumétrico.

III.4. Metodología Experimental

III.4.1. Criterios de aceptación de las muestras

La cantidad mínima aproximada de muestra requerida para el análisis es de 1000 ml de muestra que debe venir en un recipiente de vidrio o plástico y con la identificación adecuada y refrigerada.

III.4.2. Acondicionamiento y tratamiento de las muestras

Antes de iniciar el análisis, las muestras deben estar a una temperatura $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ y realizar el análisis lo más pronto posible desde el momento de ingreso de la muestra.

III.4.3. Control de condiciones ambientales

Las condiciones ambientales del laboratorio son tomadas con el termo higrómetro JZ-EQ-20 y los rangos de temperatura y humedad son: temperatura de 16°C a 28°C y un porcentaje de humedad no mayor al 70%

III.4.4. Control de condiciones temperatura refrigeración

Las condiciones de refrigeración para los materiales de referencia certificado son tomadas con el termómetro digital de refrigeración JZ-EQ-43 y los rangos de temperatura son: temperatura de 2°C a 10°C .

III.4.5. Metodología

a) En un vaso de precipitación de 250ml colocar la muestra tomar el pH y temperatura, luego se procede a determinar alcalinidad con el método HACH 8203.

b) Se procede a realizar la verificación del método con materiales de referencia certificados y se realiza el registro en el FOR-LAB-38 REGISTRO DE VERIFICACION DE ALCALINIDAD (Anexo A)

Procedimiento (HACH)

Siguiendo el procedimiento de HACH se procede a realizar los siguientes pasos:

c) Seleccionar el volumen de la muestra y el cartucho de titulación del ácido sulfúrico (H_2SO_4) correspondiente a la concentración de alcalinidad esperada como mg/l carbonato de calcio ($CaCO_3$) de la Tabla VII.

d) Insertar un tubo de alimentación limpio en el cartucho de titulación. Ajustar el cartucho al cuerpo del titulador.

e) Girar la perilla de descarga para expulsar unas gotas del titulante. Reiniciar el contador a cero y limpiar la punta.

f) Utilizar una probeta o una pipeta para medir el volumen de la muestra de la Tabla 2. Transferir la muestra a un frasco de erlenmeyer limpio de 250 ml. Diluir hasta la marca de 100 ml aproximadamente con agua desmineralizada, si es necesario.

g) Agregar los contenidos de una bolsa de polvo indicador de fenolftaleína y remover para mezclar.

h) Agregar los contenidos de una bolsa de polvo de indicador rojo de metil verde de bromocresol al frasco y girar para mezclar.

i) Titular con ácido sulfúrico hasta un color gris azulado verdoso claro (pH 5,1), un gris violáceo claro (pH 4,8) o rosa claro (pH 4,5), según lo requiera la composición de la muestra; ver la (Tabla VIII)

j) Calcular: Dígitos totales requeridos X Factor de Multiplicación = mg/l como $CaCO_3$ Alcalinidad Total (T o M)

III.4.6. Toma de datos

Para la toma de datos se utiliza el formato FOR-LAB-40 R01 Registro de Hoja de Trabajo Alcalinidad

III.4.7. Cálculos

Con los datos por duplicado de alcalinidad se calcula el valor promedio de las lecturas y se lo anota en el FOR-LAB-40 R01 Registro de Hoja de Trabajo Alcalinidad.

III.4.8. Criterios para reporte de Resultados.

Los resultados de análisis de Alcalinidad se reportan como mg/L $CaCO_3$

III.4.9. Criterios de aceptación y rechazo de los resultados

Todas las muestras se analizan por duplicado.

Referencia de criterios: Estándar Método-INEN

CAPITULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIONES

Tabla IX datos obtenidos durante la validación

NIVEL	Días/Analistas (lecturas obtenidas)			
	A. Toala 1	E. Rogel 2	A. Toala 3	E. Rogel 4
Blancos	1.90	1.90	1.80	2.00
	1.80	1.90	1.80	2.00
	2.00	2.00	2.00	1.80
	1.80	1.90	2.00	2.00
	1.80	2.00	1.90	2.00
Agua potable	202	200	204	200
	200	204	200	204
	204	200	200	204
	202	202	204	200
	204	200	204	204
Agua residual	258	258	258	258
	259	260	258	258
	260	258	260	259
	260	258	258	260
	258	265	260	260
Quality control 42 mg/L CaCO ₃	42	42	42	41
	42	40	43	42
	41	40	42	40
	42	42	40	42
	43	40	42	42
Quality control 71.1 mg/L CaCO ₃	70	72	72	70
	72	74	70	72
	70	74	70	70
	72	70	72	72
	72	70	72	70
500 mg/L CaCO ₃	495	505	500	500
	495	495	495	495
	492	500	500	500
	495	505	500	500
	495	495	500	495

1000 mg/L CaCO₃	1002	1004	1004	1002
	1000	1000	1002	1004
	1000	998	998	1000
	998	1000	1000	1002
	1004	1002	1004	1002

Fuente: (FOR-LAB-12 RO1)

En la tabla VII se muestra los datos obtenidos en cada punto de la validación que es el Blanco, Agua potable, Agua residual, QC de 42 y 72 mg/L CaCO₃, los materiales de referencia de 500 y 1000 mg/L CaCO₃ cada uno se lo realizó en condiciones de Repetibilidad de cinco repeticiones cada nivel, preparadas en diferentes días de los participante en el estudio.

ANALISIS DE VARIANZA (ANOVA)

A continuación se expone los datos estadísticos obtenidos mediante el análisis de varianza (ANOVA) donde se puede observar cada uno de los resultados de los parámetros de calidad.

MRC 500 mg/L CaCO₃

Tabla X Resultados Experimentales 500 mg/L CaCO₃

	500 mg/L CaCO ₃									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	495,00	505,00	500,00	500,00						
Test 2	495,00	495,00	495,00	495,00						
Test 3	492,00	500,00	500,00	500,00						
Test 4	495,00	505,00	500,00	500,00						
Test 5	495,00	495,00	500,00	495,00						
Test 6										
$\bar{x}$	494,40	500,00	499,00	498,00						
s	1,34164	5,00000	2,23607	2,73861	3,51					
s ²	1,80000	25,00000	5,00000	7,50000						
n	4	4	4	4						
ns ²	7,2000	100,0000	20,0000	30,0000						

Muestra	F=MSe/MSd F _{calculado}	F _{0.05} F _{critico}	p-value a = 0.05	Significación Estadística?	s ² _d	s _e ²	s ² _t
MRC 500 mg/L Ca- CO ₃	3,03	3,24	5,99E-02	No	9,82500	3,99167	13,81667

Tabla XI Prueba de significación y cálculo de varianzas 500 mg/L CaCO₃

Tabla XII Cálculo de la incertidumbre estándar (u_p), media e incertidumbre

Muestra	S _d	S _e	u_p	Media ($\bar{x}$)	U	RSD _{iR}	RSD _{ir}
MRC 500 mg/L CaCO ₃	3,134	1,998	3,717	497,85	7,43	0,007	0,006

expandida (U) 500 mg/L CaCO₃

Tabla XIII Precisión del Método 500 mg/L CaCO₃

Repetibilidad		Reproducibilidad	
Sr	% RSDr	SR	%RSDR
3,134	0,6%	3,717	0,7%

Tabla XIV Sesgo Relativo % 500 mg/L CaCO₃

Muestra	Error	% Error
MRC 500 mg/L CaCO ₃	0,006	0,63

MRC 1000 mg/L CaCO₃

Tabla XV Resultados experimentales 1000 mg/L CaCO₃

	1010 mg/L CaCO ₃									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	1002,00	1004,00	1004,00	1002,00						
Test 2	1000,00	1000,00	1002,00	1004,00						
Test 3	1000,00	998,00	998,00	1000,00						
Test 4	998,00	1000,00	1000,00	1002,00						
Test 5	1004,00	1002,00	1004,00	1002,00						
Test 6										
$\bar{x}$	1000,80	1000,80	1001,60	1002,00						
s	2,280	2,280	2,608	1,414	2,03					
s ²	5,20000	5,20000	6,80000	2,00000						
n	4	4	4	4						
ns ²	20,80	20,80	27,20	8,00						

Tabla XVI Prueba de significación y cálculo de varianzas 1000 mg/L CaCO₃

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0.05} F _{crítico}	p-value a = 0.05	Significación Estadística?	s ² _d	s _e ²	s ² _t
---------	-------------------------------------	---	---------------------	----------------------------	-----------------------------	-----------------------------	-----------------------------

MRC 1010 mg/L Ca- CO3	2,67	3,24	8,29E-02	No	4,80000	0,00000	4,80000
-----------------------------	------	------	----------	----	---------	---------	---------

Tabla XVII Cálculo de la incertidumbre estándar (u_p), media e incertidumbre

Muestra	S_d	S_e	u_p	media($\bar{x}$)	U	RSD _{iR}	RSD _{ir}
MRC 1010 mg/L CaCO3	2,191	0,000	2,1909	1001,30	4,38	0,002	0,002

expandida (U) 1000 mg/L CaCO3

Tabla XVIII Precisión del Método 1000 mg/L CaCO3

Repetibilidad		Reproducibilidad	
Sr	% RSDr	SR	%RSDR
2,191	0,2%	2,1909	0,2%

Tabla XIX Sesgo Relativo % 1000 mg/L CaCO3

Muestra	Error	% Error
MRC 1000 mg/L CaCO3	0,002	0,19

AGUA RESIDUAL 260 mg/L CaCO3

Tabla XX Resultados experimentales – Agua Residual

	260 mg/L CaCO3									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	258,00	258,00	258,00	258,00						
Test 2	259,00	260,00	258,00	258,00						
Test 3	260,00	258,00	260,00	259,00						
Test 4	260,00	258,00	258,00	260,00						
Test 5	258,00	265,00	260,00	260,00						
Test 6										
$\bar{x}$	259,00	259,80	258,80	259,00						
s	1,000	3,033	1,095	1,000						
s^2	1,00000	9,20000	1,20000	1,00000						
n	4	4	4	4						
ns^2	4,00	36,80	4,80	4,00						

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0,05} F _{crítico}	p-value a = 0.05	Significación Estadística?	s ² _d	s _e ²	s ² _t
Agua Residual 260 mg/L CaCO ₃	3,15	3,24	5,39E-02	No	3,10000	0,00000	3,10000

Tabla XXI Prueba de significación y cálculo de varianzas– Agua Residual

Tabla XXII Cálculo de la incertidumbre estándar (u_p), media e incertidumbre expandida (U) - Agua Residual

Muestra	S _d	S _e	u _p	Media ($\bar{x}$)	U	RSD _{iR}	RSD _{ir}
Agua Residual 260 mg/L CaCO ₃	1,761	0,000	1,761	259,15	3,52	0,007	0,007

Tabla XXIII Precisión del Método - Agua Residual

Repetibilidad		Reproducibilidad	
Sr	% RSDr	SR	%RSDR
1,761	0,7%	1,761	0,7%

AGUA DE LLAVE 202 mg/L CaCO₃

Tabla XXIV Resultados experimentales - Agua de llave

	202 mg/L CaCO ₃									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	202,00	200,00	204,00	200,00						
Test 2	200,00	204,00	200,00	204,00						
Test 3	204,00	200,00	200,00	204,00						
Test 4	202,00	202,00	204,00	200,00						
Test 5	204,00	200,00	204,00	204,00						
Test 6										
$\bar{x}$	202,40	201,20	202,40	202,40						
s	1,673	1,789	2,191	2,191						
s ²	2,80000	3,20000	4,80000	4,80000						
n	4	4	4	4						
ns ²	11,20	12,80	19,20	19,20						

Tabla XXV Prueba de significación y cálculo de varianzas- Agua de llave

Muestra	$F = MSd/MSe$ $F_{\text{calculado}}$	$F_{0.05}$ F_{critico}	p -value $\alpha = 0.05$	Significación Estadística?	s^2_d	s_e^2	s^2_t
Agua de llave 202 mg/L CaCO ₃	2,17	3,24	1,32E-01	No	3,90000	0,00000	3,90000

Tabla XXVI Cálculo de la incertidumbre estándar (u_p), media e incertidumbre expandida (U) - Agua de llave

Muestra	S_d	S_e	u_p	Media ($\bar{x}$)	U	RSD _{IR}	RSD _{ir}
Agua de llave 202 mg/L CaCO ₃	1,975	0,000	1,975	202,10	3,95	0,010	0,010

Tabla XXVII Precisión del Método - Agua de llave

Repetibilidad		Reproducibilidad	
Sr	% RSDr	SR	%RSDR
1,975	1,0%	1,975	1,0%

QC 42 mg/L CaCO₃

Tabla XXVIII Resultados experimentales -QC 42

	QC 42 mg/L CaCO ₃									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	42,00	42,00	42,00	41,00						
Test 2	42,00	40,00	43,00	42,00						
Test 3	41,00	40,00	42,00	40,00						
Test 4	42,00	42,00	40,00	42,00						
Test 5	43,00	40,00	42,00	42,00						
Test 6										
$\bar{x}$	42,00	40,80	41,80	41,40						
s	0,707	1,095	1,095	0,894						
s^2	0,50000	1,20000	1,20000	0,80000						
n	4	4	4	4						
ns^2	2,00	4,80	4,80	3,20						

Muestra	$F = MSe/MSd$ $F_{\text{calculado}}$	$F_{0.05}$ F_{critico}	p -value $\alpha = 0.05$	Significación Estadística?	s^2_d	s_e^2	s^2_t
QC 42 mg/L CaCO ₃	1,51	3,24	2,49E-01	No	0,92500	0,09500	1,02000

Tabla XXIX Prueba de significación y cálculo de varianzas- QC 42

Tabla XXX Cálculo de la incertidumbre estándar (u_p), media e incertidumbre expandida (U)- QC 42

Muestra	S _d	S _e	u_p	Media ($\bar{x}$)	U	RSD _{iR}	RSD _{ir}
QC 42 mg/L CaCO ₃	0,962	0,308	1,010	41,50	2,02	0,024	0,023

Tabla XXXI precisión del método - QC 42

Repetibilidad		Reproducibilidad	
Sr	% RSDr	SR	%RSDR
0,962	2,3%	1,010	2,4%

Tabla XXXII Sesgo Relativo % QC-42 mg/L CaCO₃

Muestra	Error	% Error
QC 42 mg/L CaCO ₃	0,017	1,67

QC 71, 1 mg/L CaCO₃

Tabla XXXIII Resultados experimentales - QC 71,1 mg/L CaCO₃

	QC 71,1 mg/L CaCO ₃									
	Grupos									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Test 1	70,00	72,00	72,00	70,00						
Test 2	72,00	74,00	70,00	72,00						
Test 3	70,00	74,00	70,00	70,00						
Test 4	72,00	70,00	72,00	72,00						
Test 5	72,00	70,00	72,00	70,00						
Test 6										
$\bar{x}$	71,20	72,00	71,20	70,80						
S	1,095	2,000	1,095	1,095						
s ²	1,20000	4,00000	1,20000	1,20000						
N	4	4	4	4						
ns ²	4,80	16,00	4,80	4,80						

Tabla XXXIV Prueba de significación y cálculo de varianzas - QC 71,1 mg/L CaCO₃

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0.05} F _{crítico}	p-value a = 0.05	Significación estadística?	s ² _d	s _e ²	s ² _t
QC 71,1 mg/L CaCO ₃	1,50	3,24	2,53E-01	No	1,90000	0,00000	1,90000

Tabla XXXV Cálculo de la incertidumbre estándar (u_p), media e incertidumbre expandida (U)- QC 71,1 mg/L CaCO₃

Muestra	S _d	S _e	u_p	Media ($\bar{x}$)	U	RSD _{iR}	RSD _{ir}
QC 71,1 mg/L CaCO ₃	1,378	0,000	1,378	71,30	2,76	0,019	0,019

Tabla XXXVI Precisión del método - QC 71,1 mg/L CaCO₃

Repetibilidad		Reproducibilidad	
Sr	% RSDr	SR	%RSDR
1,378	1,9%	1,378	1,9%

C/ NC	CUMPLE
INTERVALO DE TRABAJO	40 a 1000 mg/L CaCO ₃
OBJETIVO	40 a 1000 mg/L CaCO ₃
C/ NC	CUMPLE

Fuente: (Informe de Validación FOR-LAB-10 R01)

DISCUSIONES

- En el método de ensayo 8203 de HAHC para la determinación de alcalinidad no se presentaron inconvenientes durante la validación, debido a que, para cada caso la incertidumbre obtenida fue menor a 20 mg/L CaCO₃ refiriéndose a cada matriz en los diferentes niveles, los errores aleatorios disminuyeron debido a la precisión del método ya que la incertidumbre está en el rango previsto de acuerdo a los objetivos. Los errores sistemáticos del material de medición utilizado se encontraba en óptimas condiciones, puesto que al momento de realizar las calibraciones correspondientes el valor obtenido siempre estuvo dentro del rango esperado, de modo que el aporte de este tipo de errores es mínimo.
- Los estudios del sesgo deben cubrir el alcance del método por lo que se quiere diferentes niveles de analítico, el resultado final que se obtuvo mediante la validación fue de 1,67 % tal valor estuvo dentro del rango estimado en cada uno de los parámetros.
- Precisión del método es el grado de conformidad en las que un grupo de mediciones que se realizan bajo las mismas condiciones experimentales, tales como temperatura, presión, humedad etc., no se aleja mucho del promedio encontrado, es decir tiene un coeficiente de variación muy pequeño. En este trabajo de investigación para obtener este valor se lo realizó mediante análisis de rutina lo cual se dio mediante las medidas de precisión que es la Repetibilidad y Reproducibilidad; los datos de Repetibilidad son obtenidos como resultados de la pequeña variación en los resultados dados que es de 2.3%, la reproducibilidad es obtenida por la mayor variación que es 2,4 %.

CONCLUSIONES

- Se validó el método analítico de alcalinidad HACH 8203 en agua potable y residual mediante una técnica volumétrica, aplicando métodos estadísticos como ANOVA.
- Se establecieron parámetros de calidad tales como, linealidad, exactitud, precisión, sesgo e incertidumbre, obteniéndose datos dentro de los rangos establecidos, evidenciando que el método analítico de alcalinidad HACH 8203 en agua potable y residual, es confiable y seguro.
- Se elaboraron procedimientos generales y operativos (POE), para mantener el control del método validado, cumpliendo con los objetivos de la investigación

RECOMENDACIONES

- Realizar la validación de alcalinidad en otros tipos de agua.
- Realizar y ejecutar anualmente programas de comparación interlaboratorios, con el método volumétrico de Alcalinidad HACH 8203, para permitir una acción de mejora y garantizar la confiabilidad de los resultados obtenidos de cada ensayo que se reporta en los IDR a los clientes.
- Llevar un control interno del método, realizando análisis con muestras de concentración conocida para dar fiabilidad en los resultados reportados.
- Al realizar las titulaciones de las muestras, se deben mantener las condiciones de trabajo, para eliminar errores.
- La implementación de los procedimientos operativos estándar (POE), permite que se tenga una mejor organización durante la ejecución de los métodos, por lo tanto se recomienda utilizar los procedimientos operativos estándar elaborados en el presente trabajo de investigación.

TABLAS

Tabla XXXVIII Rango (Mg/L) CaCO₃

Rango (mg/l como CaCO ₃)	Volumen de la muestra (ml)	Cartucho de titulación (H ₂ SO ₄)	Número de Catálogo	Factor de Multiplicación
10-40	100	0.1600	14388-01	0.1
40-160	25	0.1600	14388-01	0.4
100-400	100	1.600	14389-01	1.0
200-800	50	1.600	14389-01	2.0
500-2000	20	1.600	14389-01	5.0
1000-4000	10	1.600	14389-01	10.0

Tabla XXXIX Composición de muestras

Composición de la muestra	Punto final
Alcalinidad de aproximadamente 30 mg/l	pH 5.1
Alcalinidad de aproximadamente 150 mg/l	pH 4.8
Alcalinidad de aproximadamente 500 mg/l	pH 4.5
Silicatos o fosfatos presentes	pH 4.5
Sistema complejo o de agua industrial	pH 3.7

Tabla XL NTE INEN 2169 Técnicas generales para la conservación de muestras - análisis fisicoquímico

Parámetro	Tipo de recipiente V, vidrio; P, plástico; VB, vidrio borosilicatado	Volumen típico (ml) y técnica de envasado	Técnica de preservación	Tiempo máximo recomendado de preservación antes del análisis después de la conservación	Comentarios	Método de ensayo NTE INEN
Aceites y grasa	V lavado con solvente	1 000	Acidificar a pH 1 a 2 con HCl o H ₂ SO ₄	1 mes		
Acidez y alcalinidad	P o V	500 Llenar contenedor completamente para excluir el aire.	Se enfría a entre 1 °C y 5 °C.	24 h	14 días Las muestras preferiblemente deben ser analizadas en el lugar (en particular para las muestras con alto contenido de gases disueltos). Reducción y oxidación durante el almacenamiento puede cambiar la muestra	
Aluminio	P lavado con ácido V o VB lavados con ácido	100	Acidificar a entre pH 1 a 2 con HNO ₃	1 mes		
Amoníaco, libre e ionizado	P o V	500	Acidificar a entre pH 1 a 2 con H ₂ SO ₄ , enfriar a 1 °C y 5 °C.	21 días	Filtrar en el lugar antes de conservación	
	P	500	Congelar a -20 °C	1 mes		
Aniones (Br, F, Cl, NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ y SO ₄)	P o V	500	Se enfría entre 1 °C y 5 °C.	24 h	Filtrar en el lugar antes de conservación.	
	P	500	Congelar a -20 °C	1 mes		

BIBLIOGRAFÍA

- González Hernández, R. (2011). Protocolo de Validación de Métodos Analíticos. *Scielo*.
- Alvarado, F. (2010). Directrices para la validación de Métodos Analíticos y Calibración del Equipo utilizado para análisis de drogas ilícitas en materiales incautados y especímenes biológicos. *UNODC*.
- Aranda, V. (Noviembre de 2003). *Aplicación Metrológica de los Estudios r&R (Repetibilidad y Reproducibilidad)*.
- Bejerano, L. G. (2015). Guía para la toma de muestra de agua residual. *Senasba*.
- Briones, M. (Marzo de 2009). *Validación de Métodos analíticos para la Determinación de Alcalinidad, Dureza, Hidrocarburos Totales de Petróleo y Fósforo en Aguas Residuales, en el Laboratorio de Eimaster Cia Lta.*
- Carr, K. (1 de Febrero de 2018). *LIMITE DE DETECCION EN METODOS ANALITICOS*.
- Cejas, D. M. (Abril de 2016). *Microlab industrial*. Obtenido de Toma de muestra de agua potable: <http://www.microlabindustrial.com/blog/tips-para-la-toma-de-muestras-de-agua-potable>
- Delgado, O. (Marzo de 2017). *ASEGURAMIENTO DE CALIDAD, METODOS*.
- Domínguez, E. (2016). El AGUA. 115,116.
- España, E. (2016). Guía Eurachen: La adecuación al uso de los métodos analíticos. En P. P. Morillas Bravo, & Colaboradores, *Una Guía de Laboratorio para Validación de Métodos y Temas Relacionados* (págs. 8-10). eurachen .
- España, I. T. (Agosto de 2015). *Etiquetado de muestras y cuaderno de campo*. Obtenido de Ministerio del medio ambiente: http://aguas.igme.es/igme/publica/libro30/pdf/lib30/6_eti.pdf
- Goyenola, G. (Junio de 2017). *RED MAPSA*. Obtenido de Alcalinidad : http://imasd.fcien.edu.uy/difusion/educamb/propuestas/red/curso_2007/cartillas/tematicas/alcalinidad.pdf
- HACH COMPANY. (2000). MANUAL DE ANALISIS DE AGUA. En *Procedimientos del manual de Hach sobre análisis del agua* (pág. 76). Loveland, Colorado, EE.UU.
- Ideam, L. d. (1999). *Toma y Preservación de muestras*. Obtenido de http://www.drcalderonlabs.com/Metodos/Analisis_De_Aguas/Toma_De_Muestras.htm
- INEN. (2013). AGUA. CALIDAD DEL AGUA. MUESTREO. TÉCNICAS DE MUESTREO. *NORMA TÉCNICA ECUATORIANANTE INEN 2176:2013Primera revisión*. Quito, Ecuador.
- Instituto de Hidrología, M. y. (15 de Febrero de 2014). Obtenido de <http://www.nuevalegislacion.com/files/susc/cdj/conc/M2-SAPc-08.pdf>

- Instituto Ecuatoriano de Normalización, I. (Junio de 2013). AGUA. CALIDAD DEL AGUA. MUESTREO. MANEJO Y CONSERVACIÓN DE MUESTRAS. *NORMA TÉCNICA ECUATORIANANTE INEN 2169:2013 Primera revisión*. Quito, Ecuador.
- Londoño, A. (Marzo de 2010). *MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA EVALUACIÓN*.
- Matos, A. (2011). Qué es un estudio de reproducibilidad y repetibilidad. *Lifeder*.
- Meq, R. d. (Octubre de 2015). *Toma de muestras de agua*. Obtenido de <https://www.mollabs.com/pdf/toma.pdf>
- NTE. INEN-ISO 3071. (2014). *DETERMINACIÓN DEL pH DE EXTRACTOS ACUOSOS*. QUITO.
- Nuñez, L. (2014). Análisis de riesgo sanitario en aguas grises de la provincia de Buenos Aires, Argentina. *Scielo*.
- Palacios, J. p. (12 de Agosto de 2018). *Centro nacional de Metrología (CENAN)*. Obtenido de <http://www.cenam.mx/materiales/defyusos.aspx#:~:text=Los%20materiales%20de%20Referencia%20certificados>
- Perlman, H. (29 de Agosto de 2017). *CALIDAD DEL AGUA*.
- Quinto, I., & Ramos, O. (2015). DETERMINACION DEL LIMITE DE DETECCION INSTRUMENTAL (LDI) Y LIMITE DE CUANTIFICACION INSTRUMENTAL (LCI) EN ELEMENTOS TRAZA DE AGUA SUBTERRANEA. *Scielo*.
- Rodriguez, J. (2017). Validacion de metodos Analiticos. *Buenas Practicas para laboratorios nacionales de control farmaceutico Anexo 3 informe 36*.
- Severiche, C., Castillo, M., & Acevedo, R. (2013). *Manual de Métodos Analíticos para la Determinación de Parámetros*. Cartagena de Indias: eumed.net.
- Teran, D. (26 de Febrero de 2016). Calibracion de reactivos. *SlideShare*, 26.
- Toala, A., & Rogel, E. (28 de Agosto de 2020). *Diagrama de causa- efecto / Validacion del metodo para alcalinidad*.
- Torres, A. (12 de Octubre de 2016). *Integri*. Obtenido de La alcalinidad del agua y su efecto en los sustratos: <https://www.intagri.com/articulos/agua-riego/la-alcalinidad-del-agua-y-su-efecto-en-los-sustratos>
- Torres, P., Cruz, C., & Patiño, P. (2009). ÍNDICES DE CALIDAD DE AGUA EN FUENTES SUPERFICIALES. *Scielo*, 81.
- Villacis, M. (6 de Julio de 2017). *lagua*. Obtenido de TIPOS DE AGUA .

GLOSARIO

Agua Potable (INEN).- Es el agua cuyas características físicas, químicas y microbiológicas han sido tratadas a fin de garantizar su aptitud para consumo humano. (INEN 1 108:2014)

Agua Residual.- Es el agua de composición variada proveniente de uso doméstico, industrial, comercial, agrícola, pecuario o de otra índole, sea público o privado y que por tal motivo haya sufrido degradación en su calidad original. (ANEXO 1 DEL LIBRO VI TULSMA)

Exactitud.- Indica la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos posibles al valor verdadero. (Castro Aguilar & González Hernández, 2011)

Precisión.- Refleja la medida en que los valores de una serie repetida de ensayos analíticos que se realizan sobre una muestra homogénea son semejantes entre sí. (Castro Aguilar & González Hernández, 2011)

Incertidumbre.- La incertidumbre se define como un parámetro asociado con el resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que puede atribuirse razonablemente al mensurando. (Alvarado, 2010)

Alcalinidad.- Capacidad de neutralizar ácidos y constituye la suma de todas las bases titulables. (Severiche Castillo, & Acevedo, 2013)

ANEXOS

Anexo B material de vidrio (Fioles)

Anexo C Kit de Alcalinidad

Anexo D Quality Control 42 y 71,1 mg/L Caco3

Anexo

E

Preparación de QC

Anexo F Toma de pH y Temperatura

Anexo G Preparación de la muestra para determinar Alcalinidad

Anexo H Valoración de Alcalinidad

Anexo I Valoración final para Alcalinidad

Anexo J Bromcresol verde-metil y Polvo indicador de Phenolphthalein

Anexo K Material de Referencia Certificado 500 mg/L y 1000 mg/L de CaCO3

Anexo L Preparación de la solución de QC 42 mg/L CaCO₃

Anexo M Preparación de la solución de QC- 71,1 mg/L CaCO₃

IMÁGENES DE EQUIPOS

Anexo N Titulador Digital JZ-EQ-29

Anexo O Termohigrometro JZ-EQ-20

Anexo P Refrigeradora JZ-EQ-19

Anexo Q Destilador de agua destilada JZ-EQ-42

Anexo R Termocupla JZ-EQ-43

Anexo S Control de Temperatura

CERTIFICADOS

Anexo T certificado de calibración del termómetro digital JZ-EQ-43

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No. CC-0488-001-09

INFORMACIÓN DEL CLIENTE						
CLIENTE:	ELICROM S.A.					
DIRECCIÓN:	CALLE 1000000, TERNARESCUE, SURESTE					
TELÉFONO:	9998					
DIRECCIÓN DE CORREO:	CALLE 2000000					
IDENTIFICACIÓN DEL TIPO DE CALIBRACIÓN						
TIPO:	TERMOMETRÍA DIGITAL	UNIDAD DE MEDIDA:	°C			
MARCA:	NO CALIBRADA	RESOLUCIÓN:	0.1			
MODELO:	NO CALIBRADA	INCERTIDUMBRE RELATIVA**:	1.00%			
SERIE:	NO CALIBRADA	INDICACION:	NO CALIBRADA			
CONDICIONES AMBIENTALES EN EL MOMENTO DE LA CALIBRACIÓN:	23.0000					
PREPARACIÓN DEL OBJETO						
CODIGO	WOMBO	BARRA	MODELO	SERIE	FECHA CAL.	FECHA CAL.
EL-01-001	BARRA DE PREGUNTA	PLAT. SCIENT	TERMOCAL	141 04000	2020-01-14	2021-01-14
EL-01-004	TERMOCAL DE PUNTO	PLAT.	TERMO	010007	2020-01-27	2021-01-27
EL-01-007	TERMOCAL	COMPAR.	TERMO	1000000	2020-01-14	2021-01-14
EL-01-005	TERMOCAL DE PUNTO	COMPAR.	TERMO	1000000	2020-01-14	2021-01-14
DECLARACIÓN DE VALORES SIN EFECTOS						
Los valores de calibración obtenidos en esta calibración son válidos en términos del Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones y según las normas internacionales de metrología. Basado en el sistema internacional de unidades (SI).						
CONDICIONES						
METODO:	COMPARACIÓN CON LA BARRA TEMPERATURA PUNTO Y BARRA CONTROL DE TEMPERATURA					
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	SIEMPRE CON LA BARRA TEMPERATURA PUNTO Y BARRA CONTROL DE TEMPERATURA					
PRECISIÓN:	0.1°C					
TIPO DE CALIBRACIÓN:	CAL. COMPARATIVA Y COMPARATIVA					
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	23.0°C	23.0°C				
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	41.0%	41.0%				
PRECISIÓN RELATIVA MEDIA:	0.01%	0.01%				
RESUMEN DE LA CALIBRACIÓN						
Temperatura	Valor del Objeto	Valor del Patrón	Error de Medición	Incertidumbre	Factor de Calibración	
0	0.0	0.000	0.000	0.000	1.000	
10	10.0	10.000	0.000	0.000	1.000	
20	20.0	20.000	0.000	0.000	1.000	
ESPECIFICACIONES						
La calibración y el objeto de calibración se realizaron en las condiciones ambientales de temperatura y humedad controladas, de acuerdo con las normas de calibración de la ISO 9000:2015 y las normas de metrología. El laboratorio de calibración es un laboratorio de calibración de conformidad con la norma ISO 17025. Este certificado es válido para el uso del objeto de calibración y para la calibración de otros objetos de calibración de la misma clase de calibración.						
NOTA: La validez del objeto de calibración y el uso de mediciones por comparación con este certificado se encuentran condicionados a la validez de la calibración de la barra de calibración de la que se deriva.						
** Incertidumbre expresada por el cliente. El cliente es responsable de sus mediciones.						
* Información tomada de las especificaciones del tipo de calibración solicitada por el cliente.						
CALIBRACIÓN REALIZADA POR:	Alicia Figueroa					
FECHA DE RECEPCIÓN DEL OBJETO:	2020-01-14	FECHA DE EMISIÓN:	2020-01-14			
FECHA DE CALIBRACIÓN:	2020-01-14	FECHA PRÓXIMA DE CALIBRACIÓN:	2021-01-14

Autenticación de certificaciones

Autorizado y firmado digitalmente por

Código cliente: APLICACIONES-CC-001-002

Sistema legal de firma electrónica

Anexo U Certificado de calibración de probeta graduada

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN N.º: CC-008-000-18

ELICROM

Comisión de Acreditación
Laboratorio de CALIBRACION

IDENTIFICACION DEL CLIENTE

NOMBRE: JICA S.A.
DIRECCION: Avenida Colombia Torres del Este 2047
Teléfono: 0993
DIRECCION DEL CENTRO: Calle 2000A

IDENTIFICACION DEL ITEM DE CALIBRACION

ITEM: Balanza Analítica	UNIDAD: g
MARCA: OHAUS	MODELO DE IDENTIFICACION: N111
SERIAL: 4013000000	RESOLUCION: 1
TIPO: NUCLEONICA	IDENTIFICACION INTERNA: 10014
TIPO DE MATERIA Y PESO: ALUMINIO	UNIDAD DE PESO: 100 GRAMOS

LISTA DE MATERIAS PRIMAS

ITEM	NOMBRE	MARCA	MATERIAL	UNIDAD	FECHA CAL.	VENCE CAL.
EL-01-04	BALANZA DE PRECISION	OHAUS	N111	100 GRAMOS	2020-07-14	2021-07-14
EL-01-05	TERMOESTABILIZADOR	AVO	0100-0	100 GRAMOS	2020-07-14	2021-07-14
EL-01-06	ANALITICO	LABORATORIO	100	100 GRAMOS	2020-07-14	2021-07-14
EL-01-07	TERMOESTABILIZADOR	LABORATORIO	100	100 GRAMOS	2020-07-14	2021-07-14

CONDICIONES DE CALIBRACION

Las condiciones de calibración corresponden a una calibración por comparación al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una probeta patrón certificada de calibración (CIC) del PSE (PSE de la Universidad Tecnológica de Bolívar) - Acreditada a la OIML (Organización Internacional de Metrología) (OIML).

CONDICIONES DE CALIBRACION

CONDICIONES: LABORATORIO
DOCUMENTO DE REFERENCIA: ISO 9001:2015
PROCESAMIENTO: PSE-01-01
LUGAR DE CALIBRACION: LABORATORIO DE CALIBRACION Y METROLOGIA (LABORATORIO)
TEMPERATURA AMBIENTAL (MEDIA): 22.2 °C ± 0.2 °C
UMEDAD RELATIVA (MEDIA): 45% ± 1%
PRECISION (MUESTRA): 10 ± 0.1%
REPRODUCIBILIDAD (MUESTRA): 1.00 ± 0.02%

RESULTADOS DE LA CALIBRACION

Item	Presión	Temperatura	Temperatura	Temperatura	Temperatura	Temperatura	Temperatura
10	10	10	10	10	10	10	10
20	20	20	20	20	20	20	20
30	30	30	30	30	30	30	30
40	40	40	40	40	40	40	40

Temperatura de Referencia: 20 °C Tabla 01: Se realizaron 10 mediciones por cada punto de calibración.

CONCLUSIONES

El resultado de calibración se encuentra certificado de conformidad con los requisitos establecidos en el certificado de calibración, de conformidad con el Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una probeta patrón certificada de calibración (CIC) del PSE (PSE de la Universidad Tecnológica de Bolívar) - Acreditada a la OIML (Organización Internacional de Metrología) (OIML).

El resultado de calibración se encuentra certificado de conformidad con los requisitos establecidos en el certificado de calibración, de conformidad con el Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una probeta patrón certificada de calibración (CIC) del PSE (PSE de la Universidad Tecnológica de Bolívar) - Acreditada a la OIML (Organización Internacional de Metrología) (OIML).

El resultado de calibración se encuentra certificado de conformidad con los requisitos establecidos en el certificado de calibración, de conformidad con el Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una probeta patrón certificada de calibración (CIC) del PSE (PSE de la Universidad Tecnológica de Bolívar) - Acreditada a la OIML (Organización Internacional de Metrología) (OIML).

INFORMACION SOBRE DECLARACION DE CONFORMIDAD

El resultado de calibración se encuentra certificado de conformidad con los requisitos establecidos en el certificado de calibración, de conformidad con el Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una probeta patrón certificada de calibración (CIC) del PSE (PSE de la Universidad Tecnológica de Bolívar) - Acreditada a la OIML (Organización Internacional de Metrología) (OIML).

FECHA DE RECEPCION DEL ITEM: 2020-06-20

FECHA DE CALIBRACION: 2020-06-20

FECHA DE EMISION: 2020-06-20

Acreditado y Firmado digitalmente por:

Gerente Técnico - Acreditación IC-001/1997

Acreditación de conformidad

Estado legal de firma electrónica

Anexo V certificado de calibración del termohigrometro JZ-EQ-20

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1103-001-20

Servicio de Acreditación Ecuatoriano
Acreditación N° SAE LC 10-009
LABORATORIO DE CALIBRACIÓN

IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE

NOMBRE: JOZALABSA S.A
DIRECCIÓN: GUAYAS / DURAN / DURAN BOLICHE SOLAR 1
TELÉFONO: 280020
PERSONA(S) DE CONTACTO: LCDA. ROCÍO ZAMORA

IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN

ÍTEM:	TERMOHIGROMETRO	UNIDAD DE MEDIDA (TEMPERATURA):	°C
MARCA:	THOMAS SCIENTIFIC	RESOLUCIÓN (TEMPERATURA):	0,1
MODELO:	1235031	INTERVALO DE MEDIDA (TEMPERATURA) ⁽²⁾ :	(-20 a 60)
SERIE:	140171059	UNIDAD DE MEDIDA (HUMEDAD):	%HR
CÓDIGO ⁽¹⁾ :	JZ-EQ-20	RESOLUCIÓN (HUMEDAD):	1
UBICACIÓN:	NO ESPECÍFICA	INTERVALO DE MEDIDA (HUMEDAD) ⁽²⁾ :	(20 a 90)

EQUIPAMIENTO UTILIZADO

CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	FECHA CAL.	VENCE CAL.
EL.PT.696	CAMARA DE ESTABILIDAD	KAMBIĆ	KK-105 CHLT	17075513	2019-12-04	2020-12-04
EL.PC.013	TERMOHIGROMETRO PATRON	VAISALA	M170 / HMP76B	H4510020 / H4950006	2019-06-10	2021-06-10
EL.PT.597	BAROMETRO	CONTROL COMPANY	1081	160458389	2020-05-15	2021-05-15
EL.PT.365	TERMOHIGROMETRO	CENTER	342	190601459	2020-04-01	2021-04-01

DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA

Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del NIST (National Institute of Standards and Technology - Estados Unidos) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).

CALIBRACIÓN

MÉTODO: COMPARACIÓN DIRECTA CON TERMOHIGROMETRO PATRÓN Y CÁMARA DE ESTABILIDAD
DOCUMENTO DE REFERENCIA: CEM TH-007-2006 (EDICIÓN DIGITAL 1)
PROCEDIMIENTO: PEC.EL.04
LUGAR DE CALIBRACIÓN: LAB. TEMPERATURA Y HUMEDAD (ELICROM)
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA: 23,0 °C ±0,2 °C
HUMEDAD RELATIVA MEDIA: 47,1 %HR ±0,3 %HR
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA: 1013 hPa ±1 hPa

RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA

Nominal	Lectura Ítem	Lectura Patrón	Error de Medición	Incertidumbre	Factor de Cobertura (k)
°C	°C	°C	°C	°C	(k)
25	26,1	26,04	0,06	0,40	2,00

RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN EN HUMEDAD RELATIVA

Nominal	Lectura Ítem	Lectura Patrón	Error de Medición	Incertidumbre	Factor de Cobertura (k)
%HR	%HR	%HR	%HR	%HR	(k)
25	21	25,10	-4,10	2,3	2,00
45	36	45,17	-9,17	2,2	2,00
75	64	75,06	-11,06	2,7	2,00

OBSERVACIONES

La incertidumbre reportada en el presente certificado es la incertidumbre expandida de medición (intervalo de confianza), la cual se evaluó con base en el documento JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections) "Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement", multiplicando la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura k, que para una distribución t (de Student) corresponde a un nivel de confianza de aproximadamente el 95,45%. Este certificado no podrá reproducirse excepto en su totalidad sin la aprobación escrita del laboratorio Elicrom-Calibración. Los resultados contenidos en este certificado son válidos únicamente para el ítem aquí descrito, en el momento y bajo las condiciones en que se realizó la calibración.

NOTA: La lectura del patrón y el error de medición (mejor estimación del valor verdadero) se muestran con la misma cantidad de decimales que la resolución del patrón empleado.

⁽¹⁾ Información proporcionada por el cliente. Elicrom no es responsable de dicha información.
⁽²⁾ Información tomada de las especificaciones del ítem de calibración (proporcionada por el fabricante).

CALIBRACIÓN REALIZADA POR: Alejandro Guzmán
FECHA DE RECEPCIÓN DEL ÍTEM: 2020-06-03
FECHA DE CALIBRACIÓN: 2020-06-08
FECHA DE EMISIÓN: 2020-06-08

Autenticación de certificado

Autorizado y firmado electrónicamente por:

Gerente técnico - Autorización EC220319SP

Sustento legal de firma electrónica

IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE
 NOMBRE: JOZALABSA S.A
 DIRECCIÓN: GUAYAS / DURAN / DURAN BOLICHE SOLAR 1
 TELEFONO: 280020
 PERSONA(S) DE CONTACTO: L.CDA. ROGIO ZAMORA

IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN
 ÍTEM: TERMOHIGROMETRO UNIDAD DE MEDIDA (TEMPERATURA): °C
 MARCA: THOMAS SCIENTIFIC RESOLUCIÓN (TEMPERATURA): 0,1
 MODELO: 1235031 INTERVALO DE MEDIDA (TEMPERATURA)⁽¹⁾: (-20 a 60)
 SERIE: 140171059 UNIDAD DE MEDIDA (HUMEDAD): %HR
 CÓDIGO⁽¹⁾: JZ-EO-20 RESOLUCIÓN (HUMEDAD): 1
 UBICACIÓN: NO ESPECIFICA INTERVALO DE MEDIDA (HUMEDAD)⁽²⁾: (20 a 90)

EQUIPAMIENTO UTILIZADO

CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	FECHA CAL.	VENCE CAL.
EL_PT.696	CAMARA DE ESTABILIDAD	KAMBIC	KK-105 CHLT	17075513	2019-12-04	2020-12-04
EL_PC.013	TERMOHIGROMETRO PATRON	VAISALA	M170 / HMP76B	H4510020 / H4950006	2019-06-10	2021-06-10
EL_PT.773	TERMOMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	6412	181228173	2019-12-19	2020-12-19
EL_PT.597	BAROMETRO	CONTROL COMPANY	1081	166458369	2020-05-15	2021-05-15
EL_PT.365	TERMOHIGROMETRO	CENTER	342	190601459	2020-04-01	2021-04-01

DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA
 Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del NIST (National Institute of Standards and Technology - Estados Unidos) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMIs).

CALIBRACIÓN
 MÉTODO: COMPARACIÓN DIRECTA CON TERMOHIGROMETRO PATRÓN Y CÁMARA DE ESTABILIDAD
 DOCUMENTO DE REFERENCIA: CEM TH-007:2008 (EDICIÓN DIGITAL 1)
 PROCEDIMIENTO: PEC.EL.04
 LUGAR DE CALIBRACIÓN: LAB. TEMPERATURA Y HUMEDAD (ELICROM)
 TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA: 21,6 °C ±0,3 °C
 HUMEDAD RELATIVA MEDIA: 49,0 %HR ±0,1 %HR
 PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA: 1013 hPa ±0 hPa

RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN EN TEMPERATURA

Nominal	Lectura Ítem	Lectura Patrón	Error de Medición	Incertidumbre	Factor de Cobertura (k)
°C	°C	°C	°C	°C	
10	10,2	10,100	0,100	0,67	2,00
30	29,8	30,085	-0,285	0,40	2,00

RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN EN HUMEDAD RELATIVA

Nominal	Lectura Ítem	Lectura Patrón	Error de Medición	Incertidumbre	Factor de Cobertura (k)
%HR	%HR	%HR	%HR	%HR	
25	20	25,030	-5,030	2,3	2,00
45	36	45,120	-9,120	2,2	2,00
75	66	74,970	-8,970	2,7	2,00

OBSERVACIONES
 La incertidumbre reportada en el presente certificado es la incertidumbre expandida de medición (intervalo de confianza), la cual se evaluó con base en el documento JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections) "Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement", multiplicando la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura k, que para una distribución t (de Student) corresponde a un nivel de confianza de aproximadamente el 95,45%. Este certificado no podrá reproducirse excepto en su totalidad sin la aprobación escrita del laboratorio Elicrom-Calibración. Los resultados contenidos en este certificado son válidos únicamente para el ítem aquí descrito, en el momento y bajo las condiciones en que se realizó la calibración.
NOTA: La lectura del patrón y el error de medición (mejor estimación del valor verdadero) se muestran con la misma cantidad de decimales que la resolución del patrón empleado.

⁽¹⁾ Información proporcionada por el cliente. Elicrom no es responsable de dicha información.
⁽²⁾ Información tomada de las especificaciones del ítem de calibración (proporcionada por el fabricante).
 CALIBRACIÓN REALIZADA POR: Mario Tigreros
 FECHA DE RECEPCIÓN DEL ÍTEM: 2020-06-25 FECHA DE EMISIÓN: 2020-06-26
 FECHA DE CALIBRACIÓN: 2020-06-26

Autenticación de certificado

Autorizado y firmado electronicamente por:

Gerente técnico - Autorización EC220319SP

Sustento legal de firma electrónica

Anexo W Calibración y mantenimiento del pHmetro JZ-EQ-01-00

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-0720-001-20

Servicio de Acreditación Ecuatoriano
Acreditación N° SAE LC 10-699
LABORATORIO DE CALIBRACIÓN

IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE

NOMBRE: JOZALABSA S.A
 DIRECCIÓN: GUAYAS / DURAN / DURAN BOLICHE SOLAR 1
 TELEFONO: 280020
 PERSONA(S) DE CONTACTO: LCDA. ROCÍO ZAMORA

IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN

ITEM:	PHMETRO	CÓDIGO ⁽¹⁾ :	JZ-EQ-01-00
MARCA:	HACH	RESOLUCIÓN:	0,01
MODELO:	HQ300	INTERVALO DE MEDIDA:	NO ESPECIFICA
SERIE:	131100096949	UBICACIÓN ⁽²⁾ :	AREA DE FÍSICO QUÍMICO

MATERIALES DE REFERENCIA UTILIZADOS

CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	N° CAT.	LOTE	FECHA CERT.	FECHA EXP.
EL.MRC.001	BUFFER SOLUTION pH 4.005	CONTROL COMPANY	4880	CC640640	2019-09-18	2021-09-18
EL.MRC.002	BUFFER SOLUTION pH 7.000	CONTROL COMPANY	4881	CC646735	2019-10-25	2021-10-25
EL.MRC.003	BUFFER SOLUTION pH 10.012	CONTROL COMPANY	4882	CC645151	2019-10-16	2021-10-16

EQUIPAMIENTO UTILIZADO

CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	FECHA CAL.	VENCE CAL.
EL.PT.121	TERMOMETRO DIGITAL	ELPRO	ECOLOG TN2	89066	2019-06-08	2020-06-08
EL.PT.046	TERMOMIGROMETRO	ELICROM	EC-900	305	2019-11-19	2020-05-21

DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA

Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del NIST (National Institute of Standards and Technology - Estados Unidos) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).

AJUSTES

Punto de Ajuste:	4,005	Punto de Ajuste:	7,000	Punto de Ajuste:	10,012
Lectura Inicial:	3,91	Lectura Inicial:	6,92	Lectura Inicial:	9,91
Temp. Inic. (°C):	25,3	Temp. Inic. (°C):	25,4	Temp. Inic. (°C):	25,3
Lectura Final:	4,00	Lectura Final:	7,00	Lectura Final:	10,01
Temp. Fin. (°C):	25,3	Temp. Fin. (°C):	25,4	Temp. Fin. (°C):	25,3

CALIBRACIÓN

MÉTODO: COMPARACIÓN DIRECTA MEDIANTE MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS
 DOCUMENTO DE REFERENCIA: CEM QU-003:2008 (EDICIÓN DIGITAL 1)
 PROCEDIMIENTO: PEC-EL-11
 LUGAR DE CALIBRACIÓN: AREA DE FÍSICO QUÍMICO
 TEMPERATURA AMBIENTAL: 25,1 °C ±0,0 °C HUMEDAD RELATIVA: 56,7 %HR ±0,1 %HR

RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN

Unidad	Nominal	Valor MRC (x)	Ítem (y)	Error de Medición	Incertidumbre (k= 2)	Temperatura (°C)
Unidades de pH	4.005	4.007	4.00	-0.007	0.012	25.3
Unidades de pH	7.000	6.992	7.00	0.008	0.012	25.4
Unidades de pH	10.012	10.001	10.01	0.009	0.012	25.3

Recta de Regresión: $y = 1,0027x - 0,0153$ Coeficiente de Correlación: $r = 1,0000$

MRC: Material de Referencia Certificado NOTA: Se presentan los promedios de 3 mediciones por cada punto.

OBSERVACIONES

La incertidumbre reportada en el presente certificado es la incertidumbre expandida de medición (intervalo de confianza), la cual se evaluó con base en el documento JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections) "Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement", multiplicando la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura k, que para una distribución t (de Student) corresponde a un nivel de confianza de aproximadamente el 95,45%. Este certificado no podrá reproducirse excepto en su totalidad sin la aprobación escrita del laboratorio Elicrom-Calibración. Los resultados contenidos en este certificado son válidos únicamente para el ítem aquí descrito, en el momento y bajo las condiciones en que se realizó la calibración.
NOTA: La lectura del MRC y el error de medición (mejor estimación del valor verdadero) se muestran con la misma cantidad de decimales que la incertidumbre reportada (véase 7.2.6 de la GUM).

(1) Información proporcionada por el cliente. Elicrom no es responsable de dicha información.
 (2) Información tomada de las especificaciones del ítem de calibración (proporcionada por el fabricante).

Autenticación de certificado

Autorizado y firmado electronicamente por:

Gerente técnico - Autorización EC220319SP

Sustento legal de firma electrónica

Este informe contiene 1 página(s). Página 1 de 1

INFORME DE MANTENIMIENTO

Ciudadela Guayaquil, Calle 1era mz 21 solar 10
GUAYAQUIL- ECUADOR Pbx. 04-2282007
www.elicrom.com mail:ventas@elicrom.com

INFORME No.: CM-0720-01-20

IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE

EMPRESA: JOZALABSA S.A.
DIRECCIÓN: GUAYAS / DURAN / DURAN BOLICHE SOLAR 1
TELÉFONO: 280020

IDENTIFICACIÓN DEL EQUIPO

EQUIPO: PHMETRO
MARCA: HACH
MODELO: HQ30D
SERIE: 131100096949
CODIGO CLIENTE: JZ-EQ-01-00
CODIGO ASIGNADO EN ELICROM: NO APLICA
UBICACION: AREA DE FISICO QUIMICO

EQUIPOS UTILIZADOS

CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	FECHA CAL.	PROX. CAL.
EL_PT.046	TERMOMIGROMETRO	ELICROM	EC-900	305	2019-11-19	2020-05-21
EL.MRC.002	BUFFER SOLUTION pH 7.000	CONTROL COMPANY	4881	CC338080	2018-05-14	2020-05-14

CONDICIONES AMBIENTALES

	INICIO	FINAL
Temp media °C	24.5	24.5
% HR media	56.8	56.5

PROCEDIMIENTO Y METODOLOGÍA

PROCEDIMIENTO: PUG.EL.01 Mantenimiento de equipos de laboratorio

- METODOLOGIA:**
- Se realizó revisión del voltaje de suministro
 - Se realizó pruebas de funcionamiento inicial
 - Se realizó revisión de conexiones de suministro
 - Se realizó desmontaje parcial del equipo
 - Se realizó limpieza de cubiertas (carcasas)
 - Se realizó limpieza de partes electrónicas
 - Se realizó pruebas de funcionamiento final
 - Se realizó entrega de equipo probado al usuario

CONDICIONES INICIALES

Equipo se encontró operativo.

TRABAJO REALIZADO

Revisión del voltaje de suministro	☒	Cambio de contactos electricos	☐
Pruebas de funcionamiento inicial	☒	Lubricación de partes	☐
Revisión de conexiones de suministro	☒	Verificación de voltajes de fuente	☐
Desmontaje total del equipo	☐	Verificación de amperajes	☐
Desmontaje parcial del equipo	☒	Verificación de aislamiento	☐
Limpieza de cubiertas (carcasas)	☒	Verificación de alarmas	☐
Limpieza de partes y piezas mecánicas	☐	Ajuste mecánico	☐
Limpieza de partes electrónicas	☒	Ajuste electrónico	☐
Limpieza de contactos eléctricos	☐	Alineación óptica	☐
Limpieza de bases y soportes	☐	Pruebas de funcionamiento final	☒
Cambio de cables sulfatados	☐	Entrega de equipo probado al usuario	☒

CONFIRMACIÓN METROLÓGICA

UNIDAD	PATRÓN	EQUIPO	ERROR	TOLERANCIA	EVALUACIÓN
ph	7.00	7.00	0.00	n/e	Funcionando

CONDICIONES FINALES

Equipo quedo con su debido mantenimiento preventivo, se entregó al encargado en buenas condiciones de funcionamiento.

REALIZADO POR: RODRIGO ALBERTO LINO BORBOR

FECHA DE REALIZACIÓN: 2020-02-26

FECHA PRÓXIMA: 2021-08

Autorizado y firmado electronicamente por:

ANEXOS

1) REGISTRO FOTOGRÁFICO DE CONDICIONES INICIALES Y FINALES

Condiciones Iniciales

Condiciones Finales

2) REGISTRO DE TRABAJO REALIZADO

2.1 Revisión del voltaje de suministro

Se encontro voltaje estable en la red

2.2 Pruebas de funcionamiento inicial

Equipo se encontro funcionando normalmente.

2.3 Revisión de conexiones de suministro

Toma corriente y cargador se encontro en buen estado.

2.4 Desmontaje parcial del equipo

Se desmontó para su revision y limpieza, se encontro en buen estado.

2.5 Limpieza de cubiertas (carcasas)

Se limpió interna y externamente.

2.6 Limpieza de partes electrónicas

Revisión y limpieza de tarjeta electrónica, se encontro en buen estado.

2.7 Pruebas de funcionamiento final

Equipo quedó funcionando después del mantenimiento.

2.8 Entrega de equipo probado al usuario

Equipo se entregó funcionando al encargado después del mantenimiento.

Certificados de reactivos y materiales de referencia certificados

Anexo X Ácido sulfúrico 0.1600N

HACH COMPANY

HACH

As ISO 9001 Certified Company

11100 W
Lakewood, CO 80124
(877) 322-3050

Certificate of Analysis

Page 1

COMMODITY: Sulfuric Acid 0.1600
COMMODITY NUMBER: 1438801-1M MANUFACTURE DATE: 9/12/2019 DATE OF ANALYSIS: 9/12/2019
LOT NUMBER: A9247

TEST	SPECIFICATIONS	RESULTS
Sulfuric Acid Concentration:	0.158 to 0.162 N	0.1590 N

The expiration date is Mar 2021.

Certified by Scott Als

Scott Als
Analytical Services Chemist

Anexo Y Ácido sulfúrico 1.600N

HACH COMPANY

HACH
ANALYTICAL CHEMISTRY COMPANY

W. L. Allen, Inc.
12000 N. 101 Street
Omaha, NE 68148

Certificate of Analysis

Page 1

COMMODITY: Sulfuric Acid 1.60N
COMMODITY NUMBER: 1438501-LM
LOT NUMBER: A9155

MANUFACTURE DATE:
1/8/2019

DATE OF ANALYSIS:
7/8/2019

TEST	SPECIFICATIONS	RESULTS
Sulfuric Acid Concentration	1.59 to 1.61 N	1.602 N

The expiration date is Feb 2021

Certified by Scott Als
Scott Als
Analytical Services Chemist

Anexo Z Quality Control 71.2 mg/L

SIGMA-ALDRICH		RTC		QT-0006480	
				Certificate 05/07/2018	
				Final Report	
Minerals - WP					
P01041-001 / 1st GRAB007					
Method	Unit	Concentration Value	Study Mean	Study Std. Dev.	
Calcium, Ca ⁺⁺ 100 Minerals	mg/L	27.2±0.139	27.2	0.63	
Magnesium, Mg ⁺⁺ 100 Minerals	mg/L	7.31±0.038	7.24	0.47	
Potassium, K ⁺ 112 Minerals	mg/L	25.2±0.134	0	0	
Sodium, Na ⁺ 115 Minerals	mg/L	21.7±0.187	0	0	
Alkalinity as CaCO ₃ ⁺⁺ 100 Minerals	mg/L	71.1±0.262	71.2	2.8	
Calcium hardness as CaCO ₃ ⁺⁺ 100 Minerals	mg/L	98.2±0.349	97.8	3.24	
Specific conductance, Conductivity (25°C) ⁺⁺ 100 Minerals	µmhos/cm	417±0.77	404	11.7	
Hardness ⁺⁺ 170 Minerals	mg/L	98.2±0.352	0	0	
Hardness, total as CaCO ₃ ⁺⁺ 170 Minerals	mg/L	98.2±0.351	98.1	3.08	
Calcium, Ca ⁺⁺ 100	mg/L	27.2±0.139	27.2	0.63	
Magnesium, Mg ⁺⁺ 100	mg/L	7.31±0.038	7.24	0.47	
Potassium, K ⁺ 112	mg/L	25.2±0.135	0	0	
Sodium, Na ⁺ 115	mg/L	21.7±0.187	0	0	
Alkalinity as CaCO ₃ ⁺⁺ 100	mg/L	71.1±0.262	71.2	2.8	
Calcium hardness as CaCO ₃ ⁺⁺ 100	mg/L	98.2±0.349	97.8	3.24	
Specific conductance, Conductivity (25°C) ⁺⁺ 100	µmhos/cm	417±0.77	406	11.7	
Hardness, total as CaCO ₃ ⁺⁺ 170	mg/L	98.2±0.352	98.1	3.08	

Anexo AA Quaty Control 42mg7L

SIGMA-ALDRICH		RTC		QT-000479	
Corrosivity/Sodium - WS				Certificate 05/05/2018 Final Report	
PREPARED / LAB RESULTS					
Analyte	Date	UNITS	Study Mean	Study Std. Dev	
Calcium, Ca ⁺⁺ 1815 Minerva	mg/L	30.0000000	30.8	1.41	
Magnesium, Mg ⁺⁺ 1890 Minerva	mg/L	10.7000000	10.7	0.82	
Potassium, K ⁺⁺ 1123 Minerva	mg/L	10.0000000	0	0	
Sodium, Na ⁺⁺ 1705 Minerva	mg/L	10.0000000	0	0	
Alkalinity as CaCO ₃ ⁺⁺ 1305 Microchemical Analytes	mg/L	42.2000000	42	2.34	
Carbon Dioxide as CaCO ₃ ⁺⁺ 1224 Minerva	mg/L	01.0000000	00.2	1.38	
Specific Conductance, Conductivity (SCC) ⁺⁺ 1413 Microchemical Analytes	micromhos	21600.00	217	400	
Chloride ⁺⁺ 1403 Microchemical Analytes	mg/L		0	0	
Corrosivity (Langlier index @ 20°C) ⁺⁺ 1404 Microchemical Analytes	index		0	0	
Corrosivity (pH) ⁺⁺ 1425 Microchemical Analytes	index	7.70	0	0	
Hardness, total as CaCl ₂ ⁺⁺ 1755 Minerva	mg/L	13400.000	1340	7.81	
Hardness, total as CaCO ₃ (total) ⁺⁺ 1700 Microchemical Analytes	mg/L	13840.000	0	0	
Total Solids (TS) ⁺⁺ 1430 Microchemical Analytes	mg/L	21900.000	220	88.8	
Total Dissolved Solids at 180°C (TDS) ⁺⁺ 1402 Microchemical Analytes	mg/L	20000.000	0	0	
Langlier @ 140°F ⁺⁺ 1403 Microchemical Analytes			0	0	
Langlier @ 60°F ⁺⁺ 1400 Microchemical Analytes			0	0	
Langlier @ 50°F ⁺⁺ 1400 Microchemical Analytes			0	0	

Anexo BB Material de Referencia Certificado 1000 mg/L CaCO3

Certificate of Analysis

Alkalinity CaCO3 1000 mg/L Cal Std 500mL

Product ID: **ALR1000-500ML**
 Lot: **15A091203**
 Expiration Date: **June 30, 2019**
 Storage Conditions: **Room Temp**

Analyte	Unit	Certified Value	U
Alkalinity as CaCO3	mg/L	1010 ± 10.0	2.91

Sample Information

PREPARATION INSTRUCTIONS
 Allow sample to equilibrate to room temperature prior to analysis.
 No additional sample preparation is necessary.

**Certified
Reference
Material**

U certified value based on its individual lot and value. Uncertainty value and analytical certified by ITC with associated procedures for the preservation and analysis procedures. Analyte U uncertainty value in this document is expressed as expanded uncertainty, U_{exp}, corresponding to the 95% confidence interval. U_{exp} is derived from the combined standard uncertainty, u_c, included in the coverage factor, k, which is obtained from a t-distribution and degree of freedom. The components of combined standard uncertainty include the uncertainties due to the analytical uncertainty, u_{an}, and the uncertainty, u_{ref}, associated with the reference material. The components, u_{an} and u_{ref}, are generally considered to be negligible unless otherwise indicated by a table. The final certified representation of the value is as follows:

$$U_{\text{cert}} = \sqrt{u_{\text{an}}^2 + u_{\text{ref}}^2} + k \cdot u_{\text{ref}}$$

U_{exp} Coverage factor obtained from a t-distribution table based on the degree of freedom of the data set. Confidence interval is 95%.

Traceability: The standard was manufactured from an ISO/IEC 17025:2005 certified quality system. The standard used to weigh raw materials is accurate to ± 0.001 mg and certified regularly using trace standards traceable to NIST. All dilutions were performed gravimetrically. Additionally, individual analyses are traceable to NIST SRMs where available and specified herein.

Heterogeneity: Heterogeneity was assessed in accordance with ISO/IEC 35. Certified units were compared using a certified reference material. The results of chemical analyses were then compared using a one-way analysis of variance approach as detailed by: NIST 151-2009 Appendix A.2. See NIST 151-2009 for information on sample size.

THIS PRODUCT WAS MANAGED, PRODUCED AND VERIFIED FOR ACCURACY AND STABILITY IN ACCORDANCE WITH ISO/IEC 17025:2005 (ANAB Cert #1-1487) and ISO GUIDE 34:2009 (ANAB Cert #4-1470).

MSDS applies to components comprising greater than 1.0% of the volume or 0.1% for components known to be carcinogenic at suitable quantities.

 Robert D Brien - QC Segment

 Mark Pessler - QA Supervisor

Certification Date July 22, 2018
Version 507b-722418

Page 1 of 1

Anexo CC Material de Referencia Certificado 500 mg/L CaCO3

Certificate of Analysis

Alkalinity CaCO3 500 mg/L Calibration St 500mL

**Certified
Reference
Material**

Description

Product ID ALK500-500ML
 Lot LRAC4437
 Expiration Date October 2021
 Manufacturing Date October 2019
 Storage Conditions Refrigerate
 Solvent/Matrix DI WATER

Certified Values

Analyte	Units	Certified ^{1,4} Value	Raw Material Lot
ALKALINITY as CaCO3	mg/L	500 ± 15	LRAC4468

Additional Information:

ADDITIONAL INFORMATION

Allow sample to equilibrate to room temperature prior to analysis.

The uncertainty associated with the certified value is +/- 0.51% relative, which is the sum of the estimated errors due to the purity of the raw material, the gravimetric preparation of the solution, and losses due to packaging.

1 **Metrological traceability:** Traceable to the SI and higher order standards from NIST through an unbroken chain of comparisons. The balance used to weigh raw materials is accurate to +/- 0.0001 g and calibrated regularly using mass standards traceable to NIST. All dilutions were performed gravimetrically. Additionally, individual analytes are traceable to NIST SRMs where available and specified above.
 4 **Ucm** - Uncertainty values in this document are expressed as Expanded Uncertainty (Ucm) corresponding to the 95% confidence interval. Ucm is derived from the combined standard uncertainty multiplied by the coverage factor k, which is obtained from a t-distribution and degrees of freedom. The components of combined standard uncertainty include the uncertainties due to characterization, homogeneity, long term stability, and short term stability (transport). The components due to stability are generally considered to be negligible unless otherwise indicated by stability studies. The mathematical representation of the Ucm calculation is as follows:

$$U_{CM} = \sqrt{U_{pur}^2 + U_{hom}^2 + U_{stability}^2}$$

k: Coverage factor derived from a t-distribution table, based on the degrees of freedom of the data set. Assume 2.0 for a Confidence Interval = 95%

6 **Analytical Value:** For QC verification of the certified value only - not to be used in calculations. Represents the analytical data obtained by comparison to a standard as analyzed by the method described in the CoA or another acceptable method. The result may differ from the certified value and UCRM based on method uncertainty as well as the uncertainty associated with the standard used for comparison.

Traceability: The standard was manufactured under an ISO/IEC 17025:2017 certified quality system. The balance used to weigh raw materials is accurate to +/- 0.0001g and calibrated regularly using mass standards traceable to NIST. All dilutions were performed gravimetrically. Additionally, individual analytes are traceable to NIST SRMs where available and specified above.

Homogeneity: Homogeneity was assessed in accordance with ISO 17034:2016. Completed units were sampled using a random stratified sampling protocol. The results of chemical analysis were then compared using a one-way analysis of variance approach as described by TNI EL-V3-2009 Appendix A.2. See instructions for minimum sub-sample size.

Expiration is at end of month given on certificate and label.

THIS PRODUCT WAS DESIGNED, PRODUCED AND VERIFIED FOR ACCURACY AND STABILITY IN ACCORDANCE WITH ISO/IEC 17025:2017 (ANAB Cert AT-1467) and ISO 17034:2016 (ANAB Cert AR-1470).

MSDS reports for components comprising greater than 1.0% of the solution or 0.1% for components known to be carcinogens are available upon request.

Andy Ommen - QC Manager

Mark Pooler - QA Supervisor

Certification Date October 17, 2019
 Version 0-10172019

SIGMA-ALDRICH
 2921 Soldier Springs Rd. Laramie, Wyoming 82070 USA
 307-742-5452
 rctechgroup@sisl.com www.sigma-aldrich.com

Anexo DD Bromcresol Green - Methyl - Red Indicator Powder

HACH COMPANY

An ISO 9001 Certified Company

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

Certificate of Analysis

Page 1

COMMODITY: **Bromcresol Green-Methyl Red Indicator Powder**
COMMODITY NUMBER: **94399-LM**
LOT NUMBER: **A9212**

MANUFACTURE DATE:
8/22/2019

DATE OF ANALYSIS:
8/22/2019

<i>TEST</i>	<i>SPECIFICATIONS</i>	<i>RESULTS</i>
Function Test: mLs required to reach the blue green to red endpoint. Results to be within 3% of a calculated value.	-3 to 3 %	-0.2 %
Identification: Color change of the indicator to be bue green to red at the acid/base endpoint in an alkalinity test.	To Pass	Passed

Certified by Scott Als
Scott Als
Analytical Services Chemist

Anexo EE Indicador de Phenolphthalein

HACH COMPANY

An ISO 9001 Certified Company

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

Certificate of Analysis

Page 1

COMMODITY: Phenolphthalein Indicator Powder

COMMODITY NUMBER: 94299-LM

MANUFACTURE DATE:

DATE OF ANALYSIS:

LOT NUMBER: A9289

11/1/2019

11/3/2019

TEST	SPECIFICATIONS	RESULTS
The percent relative error of the volume of titrant used in an acid/base titration using the phenolphthalein powder compared to the titration above.	-1.2 to 1.2 %	0.30 %
Volume of titrant required to cause an endpoint using a liquid phenolphthalein solution in an acid base titration.	8 to 10 mL	8.3 mL

The expiration date is Oct 2023

Certified by _____

Scott Als
Analytical Services Chemist

**Anexo GG FOR-LAB-33 R01 Carta control de condiciones ambientales °C
TEMPERATURA**

REGISTRO DE CONTROL DE CONDICIONES AMBIENTALES CONTROL DE TEMPERATURA		FOR-LAB-33 02-jul.-18																													
AREA:																															
MES:	AÑO:	FACTOR DE CORRECCION:																													
35																															
30																															
25																															
20																															
15	Página 1																														
10																															
5																															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
T °C																															
HORA 1																															
T °C																															
HORA 2																															
PROMEDIO																															
RESP:																															
_____ Jefe de Laboratorio Fecha:																															

FOR-LAB-37 R01 CARTA CONTROL DE TEMPERATURA REFRIGERADORA - Excel

Archivo Inicio Insertar Diseño de página Fórmulas Datos Revisar Vista ¿Qué desea hacer?

AB38

2		REGISTRO DE CONTROL DE TEMPERATURA		FOR-LAB-37
5	AREA:		REFRIGERADORA:	J2-E0-19
6	MES:	AÑO:	FACTOR DE CORRECCIÓN:	
8				
9				
10				
11				
12				
13				
14				
15				
16				
17				
18				
19				
20				
21				
22				
23				
24				
25				
26				
27				
28				
29				
30				
31				
32				
33				
34				
35	DIA			
36	T°C			
37	HORA 1			
38	T°C			
39	HORA 2			
40	PROMEDIO			
41	RESP:			
42				
43				
44				
45				
46				

Página 1

Jefe de Laboratorio
Fecha:

CONTROL DE TEMPERATURA

Anexo II FOR-LAB-37 R01 Carta control de temperatura de refrigeradora

11 A A Aa A

Anexo LL FOR-LAB-40 Hoja de trabajo para Alcalinidad

Hoja de trabajo Alcalinidad

Fecha inicio:
Fecha termino:
Hora:
Analista:

Condiciones Ambientales			
	Inicio	Termino	Promedio
Temperatura °C			
Humedad %			

Tipo de Muestra	N° de Muestra	ID de la muestra	T° de la muestra	Codigo equipo Alcalinidad	pH	Dato 1	Dato 2	Promedio	Observaciones
	Muestra 1								
	Muestra 2								
	Muestra 3								
	Muestra 4								
	Muestra 5								
	Muestra 6								
	Muestra 7								
	Muestra 8								
	Muestra 9								
	Muestra 10								

Director Técnico

Analista

Anexo MM LAB-41 CARTA DE CONTROL DE DUPLICADOS ALCALINIDAD

FOR-LAB-41 R01 Carta de Control de Duplicados Alcalinidad [Modo de compatibilidad] - Excel

Archivo Inicio Insertar Diseño de página Fórmulas Datos Revisar Vista ¿Qué desea hacer?

E17

HOJA DE TRABAJO
CONTROL DE CALIDAD DE DUPLICADOS

PARAMETRO: Alcalinidad

Errc Error aceptable:
La diferencia entre los resultados de una determinación efectuada por duplicado no debe exceder de 10mg/L CaCO₃, caso contrario deberá repetirse la determinación con una nueva muestra

No	FECHA	N° de Laboratorio	mg/L. (colocar unidades)		Diferencia Obtenida	Diferencia a Aceptable 10	LABORATORISTA
			L1	L2			
1					0,00	10	
2					0,00	10	
3					0,00	10	
4					0,00	10	
5					0,00	10	
6					0,00	10	
7					0,00	10	
8					0,00	10	
9					0,00	10	
10					0,00	10	
11					0,00	10	
12					0,00	10	
13					0,00	10	
14					0,00	10	
15					0,00	10	
16					0,00	10	
17					0,00	10	
18					0,00	10	
19					0,00	10	
20					0,00	10	
21					0,00	10	
22					0,00	10	
23					0,00	10	
24					0,00	10	
25					0,00	10	
26					0,00	10	
27					0,00	10	
28					0,00	10	
29					0,00	10	
30					0,00	10	
31					0,00	10	
32					0,00	10	
33					0,00	10	

C.C. DUPLICADOS Carta Control

Listo

Instructivos
Instructivo general

Anexo NN IG-JZ-01 R01 Lavado de materiales

INSTRUCTIVO GENERAL LAVADO DE MATERIALES	CÓDIGO : IG-JZ-01
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Enero-2015
REVISADO Y APROBADO		
CARGO	NOMBRE	FECHA
Director Técnico	José Zamora Laborde	01-Enero-2015

1. OBJETO

Describir el procedimiento para la limpieza "lavado" del material de trabajo, utilizado en el laboratorio, sean estos de vidrio, plástico o porcelana.

2. REFERENCIAS

- PRO-GC-01 Elaboración de Documentos.

3. DESCRIPCIÓN

- 3.1. Retirar la presencia de partículas en el material, utilizando abundante agua potable (grifo).
- 3.2. Sumergir el material en una solución de jabón neutro.
- 3.3. Lavar minuciosamente el material con el jabón neutro, utilizando lava botellas, lava tubos, esponja, etc., separando el material lavado a una bandeja.
- 3.4. Enjuague con abundante agua potable (grifo).
- 3.5. Realizar un enjuague final del material con agua destilada.
- 3.6. Inspeccionar visualmente la limpieza total del material
- 3.7. Si después de este proceso de lavado, existe la presencia de restos de impurezas "partículas", dejar el material sumergido de un día a otro en solución de jabón neutro y repetir el proceso.
- 3.8. Voltear el material lavado, dejar escurrir si requieren un proceso de secado más rápido luego de escurrir proceder a secarlo en la estufa a 60°C aproximadamente.
- 3.9. Colocar el material en su lugar correspondiente.

4. REGISTROS

N/A

Anexo OO IG-JZ-03 R02 Toma y transporte de muestras de agua

INSTRUCTIVO GENERAL TOMA Y TRANSPORTE DE MUESTRAS DE AGUA	CÓDIGO : IG-JZ-03
		Revisión: 02
		Fecha emisión: 01-Mayo-2019
REVISADO Y APROBADO		
CARGO	NOMBRE	FECHA
Director Técnico	José Zamora Laborde	01-Mayo-2019

1. OBJETO

Describir el procedimiento para la toma y transporte de muestras

2. REFERENCIAS

- PRO-GC-01 Elaboración de Documentos.

3. DESCRIPCIÓN

El volumen mínimo por muestras es de un litro para la ejecución de todos los ensayos que solicitan la norma, en caso que se requiera solo dos ensayos (pH y conductividad) se deberá verificar 500 ml.

Las muestras deben trasladarse refrigeradas, e ingresarse al laboratorio en un tiempo máximo de 6 horas, desde la toma de la muestra.

El envase debe llenarse lentamente, hasta el reboco, de tal manera que, al taponarlo, se evite la inserción de aire en la botella.

Las muestras deben ser colectadas en recipientes plásticos o de vidrio.

Las muestras deben ser debidamente identificadas o rotuladas "lugar de toma, hora de toma, uso, fecha de toma de la muestra, etc..."

4. REGISTROS

N/A

Instructivo operativo

INSTRUCTIVO DESTILADOR DE AGUA JZ-EQ-42		CÓDIGO : IO-JZ- 10
			Revisión: 01
			Fecha emisión: 15-Enero-2020
REVISADO Y APROBADO			
CARGO	NOMBRE	FECHA	
Director Técnico	José Zamora Laborde	15-Enero-2020	

1. OBJETO

El objetivo del instructivo es describir la sistemática a seguir para hacer un buen uso del Destilador de agua JZ-EQ-42

2. REFERENCIAS

- PRO-GC-01 Elaboración de Documentos.

3. DESCRIPCIÓN

3.1 Encendido y Apagado.

Pulse el breaker de energía para encender o apagar el equipo. Si el destilador no se enciende, asegúrese de que la fuente de alimentación de CA está debidamente conectada a una toma eléctrica.

4. OPERACIONES ESTANDAR

4.1 Presiona el botón de encendido.

4.2 Para llenar el destilador de agua el botón verde se enciende.

4.3 Cuando procede a destilar el botón verde se apaga y el rojo se enciende.

4.4 Cuando haya terminado de destilador se apaga el equipo.

4.5 Semanalmente se descarta el agua dentro del destilador abriendo la llave que se encuentra posteriormente en el destilador para evitar incrustaciones.

5. REGISTROS

REGISTRO	RESPONSABLE	INDEXACION	ACCESO	UBICACION	SOPORTE	TIEMPO DE VIGENCIA
FOR-LAB-36 R01 Registro del destilador de agua	JL/Analista	Fecha	JL/DTI/Analista	Área de laboratorio	Físico	Saños

INFORMACIÓN CONFIDENCIAL PARA USO EXCLUSIVO DE JOZALAB S.A.

Si en la marca de agua de: Copia controlada este documento se distribuye como copia no controlada. Su revisión vigente debe ser consultada en el servidor del Laboratorio.

Página 1 de 1

Anexo PP IO-JZ-10 R01 Instructivo destilador de agua

Anexo QQ IO-JZ-11 R01 Instructivo manejo del titulador digital

INSTRUCTIVO DEL TITULADOR DIGITAL JZ-EQ-29		CÓDIGO : IO-JZ- 11
			Revisión: 01
			Fecha emisión: 20-Enero-2020
REVISADO Y APROBADO			
CARGO	NOMBRE	FECHA	
Director Técnico	José Zamora Laborde	20-Enero-2020	

1. OBJETO

El objetivo del instructivo es describir la sistemática a seguir para hacer un buen uso del Titulador digital JZ-EQ-29

2. REFERENCIAS

- PRO-GC-01 Elaboración de Documentos.

3. DESCRIPCIÓN

3.1 Encendido y Apagado.

NA.

4. OPERACIONES ESTANDAR

- 4.1 Colocar el cartucho del titulante en el titulador.
- 4.2 Sacar el aire que contenga el cartucho presionando hacia abajo
- 4.3 Cuando se procede a titular observar que este en cero los dígitos.
- 4.4 Empezar a titular girando hacia la derecha la manecilla del titulador
- 4.5 Cuando se finalice la titulación sacar el cartucho con la punta y dejar en cero dígitos el titulador.

5. REGISTROS

REGISTRO	RESPONSABLE	INDEXACION	ACCESO	UBICACION	SOPORTE	TIEMPO DE VIGENCIA
FOR-LAB-38 R01 Registro de verificación de alcalinidad	JL/Analista	Fecha	JL/DT/Analista	Área de laboratorio	Físico	5años

INFORMACIÓN CONFIDENCIAL PARA USO EXCLUSIVO DE JOZALABSA S.A.

Si en la marca de agua de: Copia controlada este documento se distribuye como copia no controlada.
Su revisión vigente debe ser consultada en el servidor del Laboratorio.

Página 1 de 1

Fichas de Equipos

Anexo RR Ficha de equipo Medidor de pH

<h1>FICHA DE EQUIPOS</h1>
---	---------------------------

FECHA: 15-Noviembre-2014

DATOS			
Nombre:	MEDIDOR DE pH		
Código:	JZ-EQ-01-00	Ubicación :	FISICO-QUIMICO
Marca/ Fabricante:	HACH		
Modelo:	HQ 30 d		
N° Serie:	131100096949		
Rango de Trabajo:	Ver Sonda: pH: JZ-EQ-01-01 CONDUCTIVIDAD: JZ-EQ-01-02 OX. DISUELTO: JZ-EQ-01-03		
Resolución/Sensibilidad:	Ver Sonda: pH: JZ-EQ-01-01 CONDUCTIVIDAD: JZ-EQ-01-02 OX. DISUELTO: JZ-EQ-01-03		
Fecha de Recepción:	07-2014		
Fecha de Puesta en Servicio:	SEPT-2014		
Fecha de Baja:	-----		
Condiciones especiales de Utilización:	CONDICIONES DEL FABRICANTE: TEMPERATURA °C: 0 – 60°C HUMEDAD RELATIVA: HASTA 90%		

DOCUMENTOS	Disponible	No Disponible	Observaciones
MANUAL DEL EQUIPO	✓	☐	ARCHIVOS FISICOS

OPERACIONES	Si	No	Proceso I/E	Frecuencia
Calibración / Caracterización	✓	☐	EXTERNA	ANUAL
Verificación	✓	☐	INTERNA	CON CADA USO
Mantenimiento	✓	☐	EXTERNA	CUANDO EQUIPO REQUIERA

I: Interno
E: Externo

Anexo SS Ficha de equipo Sonda de pH

FICHA DE EQUIPOS
---	-------------------------

FECHA: 15-Marzo-2015

DATOS			
Nombre:	SONDA DE PH		
Código:	JZ-EQ-01-01	Ubicación :	FISICO-QUIMICO
Marca/ Fabricante:	HACH		
Modelo:	pHC10101		
N° Serie:	143232568034		
Rango de Trabajo:	2 – 14		
Resolución/Sensibilidad:	0.01		
Fecha de Recepción:	23-FEBRERO-2015		
Fecha de Puesta en Servicio:	MARZO-2015		
Fecha de Baja:	---		
Condiciones especiales de Utilización:	CONDICIONES DEL FABRICANTE: TEMPERATURA °C: 0 – 60°C HUMEDAD RELATIVA: HASTA 90%		

DOCUMENTOS	Disponible	No Disponible	Observaciones
MANUAL DEL EQUIPO	✓	☐	ARCHIVOS FISICOS

OPERACIONES	Sí	No	Proceso I/E	Frecuencia
Calibración / Caracterización	✓	☐	EXTERNA	ANUAL
Verificación	✓	☐	INTERNA	CON CADA USO
Mantenimiento	✓	☐	EXTERNA	ANUAL

I: Interno
E: Externo

Anexo TT Ficha de Refrigeradora

<h2>FICHA DE EQUIPOS</h2>
---	---------------------------

FECHA: 15-Noviembre-2014

DATOS			
Nombre:	REFRIGERADORA		
Código:	JZ-EQ-19	Ubicación :	PREPARACION DE MEDIOS
Marca/ Fabricante:	INDURAMA		
Modelo:	VFV-520		
N° Serie:	501204430017		
Rango de Trabajo:	N/A		
Resolución/Sensibilidad:	N/A		
Fecha de Recepción:	NOV-2014		
Fecha de Puesta en Servicio:	NOV-2014		
Fecha de Baja:	-----		
Condiciones especiales de Utilización:	CONDICIONES AMBIENTALES TEMPERATURA °C: 0 – 80 HUMEDAD REALTIVA: HASTA 90%		

DOCUMENTOS	Disponible	No Disponible	Observaciones
MANUAL DEL EQUIPO	☐	☐	ARCHIVOS FISICOS

OPERACIONES	Sí	No	Proceso I/E	Frecuencia
Calibración / Caracterización	✓	☐	INTERNA	N/A
Verificación	☐	☐	N/A	N/A
Mantenimiento	✓	☐	EXTERNA	SEMANTAL

I: Interno
E: Externo

Anexo UU Ficha de Termohigrometro

<h2>FICHA DE EQUIPOS</h2>
---	---------------------------

FECHA: 15-NOVIEMBRE-2014

DATOS			
Nombre:	TERMOHIGROMETRO		
Código:	JZ-EQ-20	Ubicación :	QUIMICA
Marca/ Fabricante:	THOMAS SCIENTIFIC		
Modelo:	1235D31		
Nº Serie:	140171059		
Rango de Trabajo:	TEMPERATURA: -50.0 30 a 70.0°C HUMEDAD RELATIVA: 25% a 90%		
Resolución/ Sensibilidad:	TEMPERATURA: 0.1°C HUMEDAD RELATIVA: 1%		
Fecha de Recpción:	NOV-2014		
Fecha de Puesta en Servicio:	NOV-2014		
Fecha de Baja:	----		
Condiciones especiales de Utilización:	CONDICIONES AMBIENTALES TEMPERATURA °C: 0 – 60 HUMEDAD REALTIVA: HASTA 90%		

DOCUMENTOS	Disponible	No Disponible	Observaciones
MANUAL DEL EQUIPO	✓	☐	ARCHIVOS FISICOS

OPERACIONES	SI	No	Proceso I/E	Frecuencia
Calibración / Caracterización	✓	☐	EXTERNA	ANUAL
Verificación	☐	☐	N/A	N/A
Mantenimiento	✓	☐	INTERNA	---

I: Interno
E: Externo

Anexo VV Ficha del titulador digital

<h2>FICHA DE EQUIPOS</h2>
---	---------------------------

FECHA: ABRIL-2017

DATOS			
Nombre:	TITULADOR DIGITAL		
Código:	JZ-EQ-29	Ubicación :	FISICO-QUIMICO
Marca/ Fabricante:	HACH		
Modelo:	16900		
N° Serie:	1611C0590		
Rango de Trabajo:	800 digitos /ml		
Resolución/Sensibilidad:	±1%		
Fecha de Recepción:	ABRIL-2017		
Fecha de Puesta en Servicio:	ABRIL-2017		
Fecha de Baja:	---		
Condiciones especiales de Utilización:	CONDICIONES AMBIENTALES TEMPERATURA °C: 10 – 45 HUMEDAD REALTIVA: HASTA 90%		

DOCUMENTOS	Disponible	No Disponible	Observaciones
MANUAL DEL EQUIPO	✓	☐	ARCHIVOS FISICOS

OPERACIONES	Sí	No	Proceso I/E	Frecuencia
Calibración / Caracterización	✓	☐	EXTERNA	ANUAL
Verificación	☐	☐	N/A	N/A
Mantenimiento	☐	☐	N/A	N/A

I: Interno
E: Externo

Anexo WW Ficha del Destilador de agua

FICHA DE EQUIPOS
---	-------------------------

FECHA: ENERO-2020

DATOS	
Nombre:	DESTILADOR DE AGUA
Código:	JZ-EQ-42
Ubicación :	FISICO-QUIMICO
Marca/ Fabricante:	Fabricación nacional
Modelo:	N/A
N° Serie:	N/A
Rango de Trabajo:	N/A
Resolución/Sensibilidad:	N/A
Fecha de Recepción:	ENERO-2020
Fecha de Puesta en Servicio:	ENERO-2020
Fecha de Baja:	---
Condiciones especiales de Utilización:	CONDICIONES AMBIENTALES TEMPERATURA °C: 10 – 45 HUMEDAD REALTVA: HASTA 90%

DOCUMENTOS	Disponible	No Disponible	Observaciones
MANUAL DEL EQUIPO	☐	☐	---

OPERACIONES	Sí	No	Proceso I/E	Frecuencia
Calibración / Caracterización	☐	☐	N/A	N/A
Verificación	☒	☐	INTERNO	MENSUAL
Mantenimiento	☒	☐	EXTERNO	SEMESTRAL

I: Interno
E: Externo

Anexo XX Ficha del Termómetro de refrigeración

FICHA DE EQUIPOS
---	-------------------------

FECHA: ENERO-2020

DATOS	
Nombre:	TERMOMETRO DE REFRIGERACION
Código:	JZ-EQ-43
Ubicación :	FISICO-QUIMICO
Marca/ Fabricante:	NA
Modelo:	NA
N° Serie:	NA
Rango de Trabajo:	0-10°C
Resolución/Sensibilidad:	0.1
Fecha de Recepción:	AGOSTO-2020
Fecha de Puesta en Servicio:	AGOSTO-2020
Fecha de Baja:	----
Condiciones especiales de Utilización:	CONDICIONES AMBIENTALES TEMPERATURA °C: 0 – 10

DOCUMENTOS	Disponible	No Disponible	Observaciones
MANUAL DEL EQUIPO	✓	☐	---

OPERACIONES	Sí	No	Proceso I/E	Frecuencia
Calibración / Caracterización	✓	☐	EXTERNO	DOS ANOS
Verificación	✓	☐	INTERNO	DIARIAMENTE
Mantenimiento	✓	☐	INTERNO	MENSUAL

I: Interno
E: Externo

PROCEDIMIENTOS OPERATIVOS ESTÁNDAR (POE)

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE ALCALINIDAD		CÓDIGO : POE-JZ-03
			Revisión: 01
			Fecha emisión: 02-Junio-2020
REVISADO Y APROBADO			
CARGO	NOMBRE	FECHA	
Director Técnico	José Zamora Laborde	02-Junio-2020	

Hoja de control de cambios

En esta sección se incluye el historial de revisiones, indicando los cambios más relevantes que han sido efectuados en cada modificación.

No. Rev.	Pág.	Cambios realizados	Fecha
01	Todas	Primera emisión del procedimiento	JUNIO 2020

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE ALCALINIDAD	CÓDIGO : POE-JZ-03
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 02-Junio-2020

1.0 OBJETO

Este documento tiene por objeto definir la sistemática a seguir por el laboratorio para la de determinación de Alcalinidad en muestras de aguas de: potable y residuales.

2.0 ALCANCE Y APLICACIÓN

2.1. Tipo muestras

El procedimiento es aplicable en muestras de Agua: potable, y residuales, utilizando el método volumétrico.

2.2. Interferencias

Las lecturas de Alcalinidad pueden verse afectadas por:

1. Las muestras altamente coloreadas o turbias pueden ocultar el cambio de color en el punto final.
2. El cloro puede tener interferencia con los indicadores.
3. Agitar vigorosamente el envase que contienen la muestra.

2.3. Rango de trabajo

El rango de determinación de Alcalinidad es de 40 a 1000 mg/L CaCO₃)

3.0 REFERENCIAS

3.1. Método de Referencia.

- ✓ Standard Methods for examination of water and wastewater, Ed. 23, 2017, 2320-B
- ✓ Método analítico 8203 HACH

3.2. Documentos utilizados conjuntamente

- ✓ Manual de Calidad
- ✓ PRO-GC-01 R01 Elaboración de Documentos
- ✓ PRO-LAB-10 Manejo de objetos de ensayo
- ✓ Manual de análisis de agua HACH

4.0 GENERALIDADES

4.1. Principio

Alcalinidad es su capacidad para neutralizar ácidos y es la suma de todas las bases titulables. Por lo general se debe fundamentalmente a su contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, aunque otras sales o bases que también contribuyen a la alcalinidad. Su valor puede variar significativamente con el pH del punto final.

Con el indicador de fenolftaleína, el pH 8.3 está próximo al punto de equivalencia para las concentraciones de carbonato y dióxido de carbono y representa la valoración de todo el

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE ALCALINIDAD	CÓDIGO : PCE-JZ-03
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 02-Junio-2020

hidróxido y la mitad del carbonato, mientras que el pH inferior (4-5) está próximo al punto de equivalencia para el ión hidrógeno y el bicarbonato y permite determinar la alcalinidad total.

4.2. Definiciones

Agua Potable (INEN). - Es el agua cuyas características físicas, químicas y microbiológicas han sido tratadas a fin de garantizar su aptitud para consumo humano. (INEN 1 108:2014)

Agua Residual. - Es el agua de composición variada proveniente de uso doméstico, industrial, comercial, agrícola, pecuario o de otra índole, sea público o privado y que por tal motivo haya sufrido degradación en su calidad original. (ANEXO 1 DEL LIBRO VI TULSMA)

Exactitud. - Indica la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos posibles al valor verdadero. (Castro Aguilar & González Hernández, 2011)

Precisión. - Refleja la medida en que los valores de una serie repetida de ensayos analíticos que se realizan sobre una muestra homogénea son semejantes entre sí. (Castro Aguilar & González Hernández, 2011)

Incertidumbre. - La incertidumbre se define como un parámetro asociado con el resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que puede atribuirse razonablemente al mensurando. (Alvarado, 2010)

4.3. Medidas de seguridad

Para la realización del ensayo se tomarán las precauciones básicas necesarias para evitar la contaminación del objeto de ensayo, así como también la contaminación del analista para lo cual el mismo debe usar mandil, guantes y gafas de protección.

4.4. Abreviaturas

pH. - potencial de Hidrogeno
MRC- Material de Referencia certificado
LOQ- Límite de Cuantificación
IDR- Informe de resultados
INEN- Instituto- Ecuatoriano de Normalización

5.0 DESCRIPCION

5.1. Equipos

Potenciómetro JZ-EQ-01-00

Sonda de pH JZ-EQ-01-01

5.2. Aparatos

Titulador digital JZ-EQ-29

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE ALCALINIDAD	CÓDIGO : POE-JZ-03
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 02-Junio-2020

5.3. Materiales

- Vasos de precipitación
- Piceta
- Papel toalla
- Probeta
- Matraz Erlenmeyer

5.4. Reactivos

- Agua Destilada o desionizada tipo II
- Bolsas de polvo rojo de metil verde de bromocresol. **R-102**
- Bolsas de polvo de fenoltaleína. **R-101**
- Cartucho de titulación de ácido sulfúrico de 1,600 N **R-104**
- Cartucho de titulación de ácido sulfúrico de 0,1600 N **R-103**
- Material de referencia Certificado 500mg/L CaCO₃ **MR-19**
- Material de referencia Certificado 1000mg/L CaCO₃ **MR-20**

5.5. Operaciones previas

5.5.1. Limpieza del material

La limpieza del material de vidrio se realiza de acuerdo a lo indicado en IG-JZ-01 Lavado de Materiales.

5.5.2. Identificación, toma, manipulación, transporte, almacenamiento y preparación de las muestras

Identificación y Manipulación: Se la realiza de acuerdo a lo indicado en el PRO-LAB-10 Manejo de Objetos de Ensayo.

Toma y Transporte de muestra Realizada como se indica en el IG-JZ-03 Toma y Transporte de muestra de agua

Preparación

La preparación de las muestras se la realiza de acuerdo a los pasos descritos en el numeral 6.

5.5.3. Criterios de aceptación de las muestras

La cantidad mínima aproximada de muestra requerida para el análisis es de 1000 ml de muestra que debe venir en un recipiente de vidrio o plástico y con la identificación adecuada, de preferencia refrigerada.

5.5.4. Acondicionamiento y tratamiento de las muestras

Antes de iniciar el análisis, las muestras deben estar a una temperatura $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ y realizar el análisis lo más pronto posible desde el momento de ingreso de la muestra.

5.5.5. Control de condiciones ambientales

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE ALCALINIDAD	CÓDIGO : POE-JZ-03
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 02-Junio-2020

hidróxido y la mitad del carbonato, mientras que el pH inferior (4-5) está próximo al punto de equivalencia para el ión hidrógeno y el bicarbonato y permite determinar la alcalinidad total.

4.2. Definiciones

Agua Potable (INEN). - Es el agua cuyas características físicas, químicas y microbiológicas han sido tratadas a fin de garantizar su aptitud para consumo humano. (INEN 1 108:2014)

Agua Residual. - Es el agua de composición variada proveniente de uso doméstico, industrial, comercial, agrícola, pecuario o de otra índole, sea público o privado y que por tal motivo haya sufrido degradación en su calidad original. (ANEXO 1 DEL LIBRO VI TULSMA)

Exactitud. - Indica la capacidad del método analítico para obtener resultados lo más próximos posibles al valor verdadero. (Castro Aguilar & González Hernández, 2011)

Precisión. - Refleja la medida en que los valores de una serie repetida de ensayos analíticos que se realizan sobre una muestra homogénea son semejantes entre sí. (Castro Aguilar & González Hernández, 2011)

Incertidumbre. - La incertidumbre se define como un parámetro asociado con el resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que puede atribuirse razonablemente al mensurando. (Alvarado, 2010)

4.3. Medidas de seguridad

Para la realización del ensayo se tomarán las precauciones básicas necesarias para evitar la contaminación del objeto de ensayo, así como también la contaminación del analista para lo cual el mismo debe usar mandil, guantes y gafas de protección.

4.4. Abreviaturas

pH. - potencial de Hidrogeno
MRC- Material de Referencia certificado
LOQ- Límite de Cuantificación
IDR- Informe de resultados
INEN- Instituto- Ecuatoriano de Normalización

5.0 DESCRIPCION

5.1. Equipos

Potenciómetro JZ-EQ-01-00

Sonda de pH JZ-EQ-01-01

5.2. Aparatos

Titulador digital JZ-EQ-29

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE ALCALINIDAD	CÓDIGO : POE-JZ-03
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 02-Junio-2020

5.3. Materiales

- Vasos de precipitación
- Piceta
- Papel toalla
- Probeta
- Matraz Erlenmeyer

5.4. Reactivos

- Agua Destilada o desionizada tipo II
- Bolsas de polvo rojo de metil verde de bromocresol. **R-102**
- Bolsas de polvo de fenolftaleína. **R-101**
- Cartucho de titulación de ácido sulfúrico de 1,600 N **R-104**
- Cartucho de titulación de ácido sulfúrico de 0,1600 N **R-103**
- Material de referencia Certificado 500mg/L CaCO₃ **MR-19**
- Material de referencia Certificado 1000mg/L CaCO₃ **MR-20**

5.5. Operaciones previas

5.5.1. Limpieza del material

La limpieza del material de vidrio se realiza de acuerdo a lo indicado en IG-JZ-01 Lavado de Materiales.

5.5.2. Identificación, toma, manipulación, transporte, almacenamiento y preparación de las muestras

Identificación y Manipulación: Se la realiza de acuerdo a lo indicado en el PRO-LAB-10 Manejo de Objetos de Ensayo.

Toma y Transporte de muestra Realizada como se indica en el IG-JZ-03 Toma y Transporte de muestra de agua

Preparación

La preparación de las muestras se la realiza de acuerdo a los pasos descritos en el numeral 6.

5.5.3. Criterios de aceptación de las muestras

La cantidad mínima aproximada de muestra requerida para el análisis es de 1000 ml de muestra que debe venir en un recipiente de vidrio o plástico y con la identificación adecuada, de preferencia refrigerada.

5.5.4. Acondicionamiento y tratamiento de las muestras

Antes de iniciar el análisis, las muestras deben estar a una temperatura $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ y realizar el análisis lo más pronto posible desde el momento de ingreso de la muestra.

5.5.5. Control de condiciones ambientales

PROCEDIMIENTO DETERMINACION DE ALCALINIDAD	CÓDIGO : POE-JZ-03
		Revisión: 01
		Fecha emisión:
		02-Junio-2020

Se llevará una carta de control con el material de referencia certificado de 500 y 1000 mg/L CaCO₃; los resultados de estas verificaciones se las anotarán en el formato FOR-LAB-39 Carta de Control de Material de Referencia Alcalinidad.

9.0 Anexos

N/A

10.0 Registros

REGISTRO	RESPONSABLE	INDEXACIÓN	ACCESO	UBICACIÓN	SOPORTE	TIEMPO DE VIGENCIA
FOR-LAB-36 Registro del destilador de Agua	AT	Fecha	JL/DT/ Analista	Carpeta de reporte semanal de ensayos	Físico	5 años
FOR-LAB-37 carta control temperatura de refrigeradora	AT	Fecha	JL/DT/ Analista	Carpeta de reporte diario de ensayos	Físico	5 años
FOR-LAB-38 Registro de verificación del titulador digital para Alcalinidad	AT	Fecha	JL/DT/ Analista	Carpeta de verificación de equipos	Físico	5 años
FOR-LAB-39 Carta de control de Material de Referencia alcalinidad	JL	Fecha	JL/DT/ Analista	LABORATORIO/REGISTROS/CARTAS DE CONTROL DE CALIDAD	Electrónico	5 años
FOR-LAB-40 hoja de trabajo alcalinidad	AT	Número	JL/DT/ Analista	Carpeta de reporte diario de ensayos	Físico	5 años
FOR-LAB-41 Carta de Control duplicados alcalinidad	JL	Fecha	JL/DT/ Analista	LABORATORIO/REGISTROS/CARTAS DE CONTROL DE CALIDAD	Electrónico	5 años
FOR-LAB-33 Carta control de condiciones ambientales	AT	Fecha	JL/DT/ Analista	Carpeta de reporte diario de ensayos	Físico	5 años

INFORME DE VALIDACION – ALCALINIDAD

JOZALABSA S.A.

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y
ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

“DETERMINACION DE ALCALINIDAD”

Revisión nº: 01

Fecha de emisión: 01 de Junio del 2020

REVISADO Y APROBADO		
CARGO	NOMBRE	FECHA
Jefe de Laboratorio	QF. José Zamora Guevara	01 Junio 2020

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"	CÓDIGO : PGM-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

1. OBJETO

Mostrar paso a paso el diseño experimental a seguir durante el proceso de validación del método, así como la estimación de la incertidumbre para la determinación de Alcalinidad en agua: potable y residuales.

2. ALCANCE

2.1. Límite de aplicación.

Se aplica en muestras de Agua: potable y residuales.

El procedimiento interno utilizado es el POE-JZ-03 Determinación de Alcalinidad en agua.]

Los equipos empleados son:

- > Titulador Digital JZ-EQ-29
- > Potenciómetro HACH JZ-EQ-01

Los materiales empleados son:

- > Flores
- > Probeta
- > Piceta
- > Papel toalla

El personal que participó en la validación de Alcalinidad fue: Andrea Tosta y Estefanía Rogel, en el periodo de marzo a septiembre del 2020.

3. REFERENCIAS

- PRO-LAB-04 Validación de métodos de ensayo.
- Método de Referencia: Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, 23th Edition, 2017 2320-B
- POE-JZ-03 Determinación de Alcalinidad en aguas
- Método 8203 de HACH

4. GENERALIDADES

4.1. Abreviaturas

Se utilizan las abreviaturas definidas en el procedimiento PRO-LAB-04

- pH: Potencial de Hidrógeno
- MRC: Material de referencia certificado
- RPD: Desviación Relativa de Duplicados

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"	CÓDIGO : FQM-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

- U: Incertidumbre
- Sr: Repetibilidad
- SR: Reproducibilidad

5. DESCRIPCIÓN

5.1. Necesidad Analítica

Alcalinidad es uno de los parámetros más frecuentes y de gran importancia en cada una de las diferentes etapas en el proceso de tratamiento de aguas.

La Alcalinidad tiene la capacidad para neutralizar ácidos y es la suma de todas las bases titulables. Por lo general se debe fundamentalmente a su contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, aunque otras sales o bases que también contribuyen a la alcalinidad. Su valor puede variar significativamente con el pH del punto final.

Con el indicador de fenolftaleína, el pH 8.3 está próximo al punto de equivalencia para las concentraciones de carbonato y dióxido de carbono y representa la valoración de todo el hidróxido y la mitad del carbonato, mientras que el pH inferior (4-5) está próximo al punto de equivalencia para el ion hidrógeno y el bicarbonato y permite determinar la alcalinidad total.

5.2. Grado de rigurosidad del estudio

Se procederá a realizar una Verificación, debido que el método 8M 2320-B empleado es un método normalizado por lo tanto no requieren de una validación completa, no obstante, el laboratorio debe determinar las características de funcionamiento del método en su propia situación. Así la norma establece que "el laboratorio debe confirmar que pueden aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos".

5.3. Elección de parámetros analíticos de validación, fijación de objetivos.

PARÁMETRO		OBJETIVO
Precisión Intermedia	Repetibilidad	$RSD_r \leq 3\%$ en todos los niveles
	Reproducibilidad	$RSD_R \leq 3\%$ en todos los niveles
Intervalo de trabajo		40 – 1000 mg/L CaCO ₃
Beso (empleo de material certificado)		$\leq 2\%$ en todos los niveles
Incertidumbre		≤ 20 mg/L CaCO ₃

INFORMACIÓN CONFIDENCIAL PARA USO EXCLUSIVO DE JOZALABSA S.A.

Sin la marca de agua de Copla controlada este documento se distribuye como copia no controlada. Su revisión vigente debe ser consultada en el servidor del Laboratorio.

Página 3 de 14

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"	CÓDIGO: FOM-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

5.4. Diseño y procedimiento experimental

Repetibilidad	Verificación de la repetibilidad en 2 materiales de referencia, 2 materiales de control de calidad (quality control) con concentraciones conocidas, 1 muestra de agua potable y 1 muestra de agua residual, por quintuplicado en cada nivel en condiciones de repetibilidad, por cada analista participante en el estudio.
Seago	Determinación del sesgo con materiales de referencia a 2 niveles, por quintuplicado en cada nivel, por cada analista participante en el estudio
Reproducibilidad	Repetición del diseño anterior con dos analistas en cuatro días en condiciones de reproducibilidad.
Intervalo de trabajo	El estudio se realiza en el Rango de 10 a 4000 mg/L CaCO ₃
"Muestras" de las que se dispone para la validación	<p>Material de prueba de control (QUALITY CONTROL QC)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Marca Sigma Aldrich 71 mg/L CaCO₃ PE1041-1KT Lote: LRAB2947 • Marca Sigma Aldrich 42 mg/L CaCO₃ PE1304-1KT Lote: LRAB4175 <p>Materiales de Referencia Matriz "agua" a dos niveles de concentración</p> <ul style="list-style-type: none"> • Alcalinidad, CaCO₃ 500 mg/L Marca Sigma Aldrich Lote: LRAC4437 • Alcalinidad, CaCO₃ 1000 mg/L Marca Sigma Aldrich Lote: LRAB5087 <p>Muestras de trabajo cotidiano</p> <ul style="list-style-type: none"> • Agua potable • Agua Residual
Submuestras	Cinco de cada una, preparadas cada día en condiciones de repetibilidad.
Procesamiento	Simultáneo de las unidades cada día (en condiciones de repetibilidad)
Lectura	Que produce cada submuestra en el sistema de medida (en mg/L) en condiciones de repetibilidad.

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"	CÓDIGO : FOR-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

Tratamiento estadístico	Análisis de varianza simple de los resultados obtenidos incluyendo: <ul style="list-style-type: none"> • Intervalo de trabajo validado • Incertidumbre. • Desviación estándar de repetibilidad (s_r) y desviación estándar de reproducibilidad (s_R) • Desviación estándar relativa de repetibilidad (%RSD_r) y desviación estándar relativa de reproducibilidad (%RSD_R) • % de exactitud
--------------------------------	--

Los experimentos serán realizados por dos analistas usando el mismo equipo, aparatos y reactivos químicos en un periodo de dos meses.

5.6. Tratamiento Estadístico de Datos Obtenidos

El procedimiento experimental propuesto está basado en el Análisis de Varianza (ANOVA).

Esta es una técnica estadística usada para separar y calcular la variación debido a los errores aleatorios de la medición de la variación causada por cualquier otro factor que podría introducir cambios en la medida de la concentración de las muestras.

Con este diseño experimental que incluye una conveniente selección de las muestras a ser analizadas es posible calcular los parámetros analíticos citados en 5.3.

Con los valores obtenidos de la precisión y el error sistemático es calculada la incertidumbre de la medición.

El programa elaborado en Excel efectúa el cálculo de los parámetros estadísticos de interés

En la hoja de cálculo (formato FOR-LAB) se calcula la posición determinada por los errores aleatorios y consiste de las siguientes tablas:

1. Tabla I. Resultados experimentales
2. Tabla II. Cálculo de los cuadros medios entre-grupos y dentro-grupos
3. Tabla III. Prueba de significación y cálculo de varianzas
4. Tabla IV. Cálculo de la media, incertidumbre estándar (u_p), e incertidumbre expandida (U)

Se han elaborado hojas de cálculo para la estimación de la incertidumbre de los métodos de ensayo.

La planificación y grado de control sobre los factores que influyen en los análisis fueron definidos antes del inicio del estudio y mantenidos rigurosamente a lo largo del mismo.

INFORMACIÓN CONFIDENCIAL PARA USO EXCLUSIVO DE JOZALADA S.A.

Sin la marca de agua de Copia controlada este documento se distribuye como copia no controlada. Si revisión vigente debe ser consultada en el servidor del Laboratorio.

Página 6 de 18

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

Paso 1: Especificación

$$mg / LCaCO_3 = Lecturas$$

Paso 2: Identificación y análisis de las fuentes de Incertidumbre

A. Equipo

A.1. Resolución

B. Precisión del Método

C. Material usado Material de Referencia Certificado

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"	CÓDIGO : FOR-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

Paso 3: Cuantificación de componentes de incertidumbre

MRC 500 mg/L CaCO3							
Descripción	Valor (X)	Dato de Incertidumbre	Origen	Divisor	Incertidumbre estándar u(X)	Incertidumbre estándar relativa u(X)/X	Incertidumbre estándar relativa ² (u(X)/X) ²
A. Probeta Calibración	50	0,005	certificado de calibración de probeta	1	0,0047	0,0001	0,000000
B. Resolución del Equipo	500	1	manual escala del equipo	1,732050808	0,5774	0,0012	0,0000013
C. Precisión del Método	500	3,717	St (Up) Calculo ANOVA	1	3,7171	0,0074	0,000055
D. Material Usado Patron Buffer	500	15,00	Certificado de Calidad	2	7,5000	0,0150	0,000225
MRC 1010 mg/L CaCO3							
Descripción	Valor (X)	Dato de Incertidumbre	Origen	Divisor	Incertidumbre estándar u(X)	Incertidumbre estándar relativa u(X)/X	Incertidumbre estándar relativa ² (u(X)/X) ²
A. Probeta Calibración	50	0,005	certificado de calibración de probeta	1	0,0047	0,0001	0,000000
B. Resolución del Equipo	1010	1	manual escala del equipo	1,732050808	0,5774	0,0006	0,0000003
C. Precisión del Método	1010	2,191	St (Up) Calculo ANOVA	1	2,1909	0,0022	0,000005
D. Material Usado Patron Buffer	1010	16,00	Certificado de Calidad	2	8,0000	0,0089	0,000079

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"	CÓDIGO : FOR-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

Agua Residual 260 mg/L CaCO ₃							
Descripción	Valor (X)	Dato de Incertidumbre	Origen	Divisor	Incertidumbre estándar u(X)	Incertidumbre estándar relativa u(X)/X	Incertidumbre estándar relativa ² (u(X)/X) ²
A. Probeta Calibración	260	0,005	certificado de calibración de probeta	1	0,0047	0,0000	0,000000
B. Resolución del Equipo	260	1	manual/ escala del equipo	1,732050808	0,5774	0,0022	0,000049
C. Precisión del Método	260	1,761	St (Up) Calculo ANOVA	1	1,7607	0,0068	0,000046
Agua de llave 202 mg/L CaCO ₃							
Descripción	Valor (X)	Dato de Incertidumbre	Origen	Divisor	Incertidumbre estándar u(X)	Incertidumbre estándar relativa u(X)/X	Incertidumbre estándar relativa ² (u(X)/X) ²
A. Probeta Calibración	50,00	0,005	certificado de calibración de probeta	1	0,0047	0,0001	0,000000
B. Resolución del Equipo	202,00	1	manual/ escala del equipo	1,732050808	0,5774	0,0029	0,000082
C. Precisión del Método	202,00	1,975	St (Up) Calculo ANOVA	1	1,9748	0,0098	0,000096

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"	CÓDIGO : FOR-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

QC 71,1 mg/L CaCO3							
Descripción	Valor (X)	Dato de Incertidumbre	Origen	Divisor	Incertidumbre estándar u(X)	Incertidumbre estándar relativa u(X)/X	Incertidumbre estándar relativa ² (u(X)/X) ²
A. Probeta Calibración	50,00	0,005	certificado de calibración de probeta	1	0,0047	0,0001	0,000000
B. Resolución del Equipo	71,10	1	manual/ escala del equipo	1,732050808	0,5774	0,0081	0,0000659
C. Precisión del Método	71,10	1,38	St (Up) Calculo ANOVA	1	1,3784	0,0194	0,000376
D. Material Usado Patron Buffer	71,10	0,36	Certificado de Calidad	2	0,1810	0,0025	0,000006
QC 42 mg/L CaCO3							
Descripción	Valor (X)	Dato de Incertidumbre	Origen	Divisor	Incertidumbre estándar u(X)	Incertidumbre estándar relativa u(X)/X	Incertidumbre estándar relativa ² (u(X)/X) ²
A. Probeta Calibración	50,00	0,005	certificado de calibración de probeta	1	0,0047	0,0001	0,000000
B. Resolución del Equipo	42,00	1	manual/ escala del equipo	1,732050808	0,5774	0,0137	0,0001890
C. Precisión del Método	42,00	1,01	St (Up) Calculo ANOVA	1	1,0100	0,0240	0,000578
D. Material Usado Patron Buffer	42,00	0,22	Certificado de Calidad	2	0,1080	0,0026	0,000007

Paso 4: Calculo de la incertidumbre combinada y expandida

MUESTRA	NIVEL	Calibracion	Resolucion	Precision	Material Usado Patron Buffer	uc	uc(x)R	U	U %	U relativa
MRC 500 mg/L CaCO3	500,00	0,000000	0,0000013	0,000055	0,000225	0,0168	8,0906	16,791	3,36	0,034
MRC 1000 mg/L CaCO3	1000,00	0,000000	0,0000003	0,000005	0,000079	0,0082	8,2013	16,563	1,64	0,016
Agua Residual 200 mg/L CaCO3	200,00	0,000000	0,0000049	0,000046	Muestra de trabajo cotidiano	0,0071	1,8529	3,706	1,43	0,014
Agua de llave 202 mg/L CaCO3	202,00	0,000000	0,0000082	0,000096	Muestra de trabajo cotidiano	0,0102	2,0576	4,115	2,04	0,020
QC 71,1 mg/L CaCO3	71,10	0,000000	0,0000059	0,000376	0,000006	0,0212	1,5054	3,011	4,23	0,042
QC 42 mg/L CaCO3	42,00	0,000000	0,0001000	0,000570	0,000007	0,0270	1,1683	2,337	5,56	0,056

Las incertidumbres estándares de los componentes son expresadas como incertidumbres relativas, lo cual se muestra en los gráficos a continuación:

500 mg/L CaCO3

Figura. Fuentes de Incertidumbre expresadas como incertidumbres relativas

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE “DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD”	CÓDIGO : FOR-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

1010 mg/L CaCO₃

Figura. Fuentes de Incertidumbre expresadas como incertidumbres relativas

MUESTRA DE AGUA RESIDUAL DE USO COTIDIANO

Figura. Fuentes de Incertidumbre expresadas como incertidumbres relativas

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE “DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD”	CÓDIGO : FOR-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

MUESTRA DE AGUA DE LLAVE DE USO COTIDIANO

Figura. Fuentes de Incertidumbre expresadas como incertidumbres relativas

QC 71.1 mg/L CaCO₃

Figura. Fuentes de Incertidumbre expresadas como incertidumbres relativas

GC 42 mL CaCO3

Paso 6: Forma de reportar la incertidumbre

Se reporta la mayor incertidumbre U de los niveles (18.562) que redondeando es 18.56

La manera de reportar sería por ejemplo $1010 \pm 18.56 (K=2)$

6. RESULTADOS

TABLA 1. DE RESULTADOS
Equipo JZ-EQ-28

NIVEL	Días/Análisis (lecturas obtenidas)			
	1	2	3	4
N1 Blancos	1.90	1.90	1.80	2.00
	1.80	1.90	1.80	2.00
	2.00	2.00	2.00	1.80
	1.80	1.90	2.00	2.00
	1.80	2.00	1.90	2.00
N2 Agua potable	202	200	204	200
	200	204	200	204
	204	200	200	204
	202	202	204	200
	204	200	204	204
N3 Agua residual	258	258	258	258
	259	260	258	258
	260	258	260	259
	260	258	258	260
	258	265	260	260

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"

CÓDIGO : FQM-LAB-10
 Revisión: 01
 Fecha emisión: 01-Junio-2020

MR1 Quality control	42	42	42	41
	42	40	43	42
	41	40	42	40
	42	42	40	42
MR2 Quality control	43	40	42	42
	70	72	72	70
	72	74	70	72
	70	74	70	70
	72	70	72	72
MR3 500	72	70	72	70
	495	505	500	500
	495	495	495	495
	492	500	500	500
	495	505	500	500
MR4 1000	495	495	500	495
	1002	1004	1004	1002
	1000	1000	1002	1004
	1000	998	998	1000
	998	1000	1000	1002
	1004	1002	1004	1002

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y
ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE
"DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"

CÓDIGO : FOR-LAB-10

Revisión: 01

Fecha emisión:
01-Junio-2020

TABLA 2. DE RESULTADOS

MÉTODO ANALÍTICO pH					
CUANTITATIVO	☒	Análito: CO ₃ Ca			
CUALITATIVO	☐	Unidades: mg / L			
DE IDENTIFICACIÓN	☐	Matriz: Agua			
PRECISIÓN					
		Repetibilidad		Reproducibilidad/	
Nivel		S _r	% RSD _r	S _R	% RSD _R
Equipo JZ- E0-29	1: 500	3,134	0,6%	3,717	0,7%
	2: 1010	2,191	0,2%	2,199	0,2%
	3: 260	1,781	0,7%	1,781	0,7%
	4: 202	1,975	1,0%	1,975	1,0%
	5: 42	0,982	2,3%	1,010	2,4%
	6: 71.1	1,375	1,9%	1,375	1,9%
R. GLOBALES		2,3%		2,4%	
OBJETIVO		≤3		≤ 3	
C/ NC		CUMPLE		CUMPLE	
SESGO					
Nivel		% SESGO			
Equipo JZ- E0-29	1: 500	0,63%			
	2: 1010	0,19%			
	3: 42	1,67%			
	4: 71.1	1,67%			
R. GLOBALES		1,67%			
OBJETIVO		≤ 2			
C/ NC		CUMPLE			
INCERTIDUMBRE U (k=2)					
1. MRC 600 mg/L CaCO ₃		16,78			
2. MRC 1000 mg/L CaCO ₃		18,56			
3. Agua Residual 260 mg/L CaCO ₃		3,70			
4. Agua de llave 202 mg/L CaCO ₃		4,11

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"

CÓDIGO : FOR-LAB-10
 Revisión: 01
 Fecha emisión: 01-Junio-2020

5. GC 42 mg/L CaCO3	2.34
6. GC 71.1 mg/L CaCO3	3.01
R. GLOBALES	18.56 mg/L CaCO3
OBJETIVO	≤ 20 mg/L CaCO3 en todos los niveles
C/ NC	CUMPLE
INTERVALO DE TRABAJO	40 a 1000 mg/L CaCO3
OBJETIVO	40 a 1000 mg/L CaCO3
C/ NC	CUMPLE

TABLA 4. CUMPLIMIENTO DE OBJETIVOS

PARÁMETROS	OBJETIVOS	RESULTADOS	CUMPLE/NO CUMPLE
Repetibilidad	≤ 3% en todos los niveles	2.3%	Cumple
Reproducibilidad	≤ 3% en todos los niveles	2.4%	Cumple
Intervalo de trabajo	40 a 1000 mg/L CaCO3	40 a 1000 mg/L CaCO3	Cumple
Sesgo (empleo de material certificado)	≤ 2% en todos los niveles	1,67%	Cumple
Incertidumbre	≤ 20 mg/L CaCO3 en todos los niveles	18.56%	Cumple

Tabla III. Pruebas de significación y cálculo de varianzas (ANOVA)

Nivel 500

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0,05} F _{critico}	p-value α = 0.05	Significación estadística?	s ² _d	s ² _e	s ² _t
MRC 500 mg/L CaCO3	3,03	3,24	5,99E-02	No	9,82500	3,99167	13,81667

Nivel 1010

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0,05} F _{critico}	p-value α = 0.05	Significación estadística?	s ² _d	s ² _e	s ² _t
MRC 1010 mg/L CaCO3	2,67	3,24	8,29E-02	No	4,80000	0,00000	4,80000

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE "DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD"	CÓDIGO : FOR-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

Nivel 260 Agua residual de uso cotidiano

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0,05} F _{crítico}	p-value α = 0.05	Significación estadística?	s ² _d	s ² _e	s ² _t
Agua Residual 260 mg/L Ca	3,15	3,24	5,39E-02	No	3,10000	0,00000	3,10000

Nivel 202 Agua de llave de uso cotidiano

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0,05} F _{crítico}	p-value α = 0.05	Significación estadística?	s ² _d	s ² _e	s ² _t
Agua de llave 202 mg/L CaC	2,17	3,24	1,32E-01	No	3,90000	0,00000	3,90000

QC 42

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0,05} F _{crítico}	p-value α = 0.05	Significación estadística?	s ² _d	s ² _e	s ² _t
QC 42 mg/L CaCO ₃	1,51	3,24	2,48E-01	No	0,92500	0,09500	1,02000

Muestra	F=MSd/MSe F _{calculado}	F _{0,05} F _{crítico}	p-value α = 0.05	Significación estadística?	s ² _d	s ² _e	s ² _t
QC 71, 1 mg/L CaCO ₃	1,50	3,24	2,53E-01	No	1,90000	0,00000	1,90000

QC 71.1

7. DECLARACIÓN DE APTITUD DEL MÉTODO VALIDADO

El método cumple con los objetivos planteados, por lo tanto, se considera que el método es apto para el uso previsto.

TABLA 3. DE RESULTADOS CONTROL DE CALIDAD

INTERNO DIFERENCIA ENTRE DUPLICADOS

Equipo JZ-EQ-29

INFORME DE ESTUDIO DE VALIDACIÓN Y ESTIMACION DE LA INCERTIDUMBRE “DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD”	CÓDIGO : FOR-LAB-10
		Revisión: 01
		Fecha emisión: 01-Junio-2020

RESULTADOS	MRC 500 mg/L CaCO ₃	MRC 1010 mg/L CaCO ₃	Agua Residual 260 mg/L CaCO ₃	Agua de llave 202 mg/L CaCO ₃	QC 71,1 mg/L CaCO ₃	QC 42 mg/L CaCO ₃
L ₁	505,00	1004,00	265,00	204,00	74,00	43,00
L ₂	492,00	998,00	258,00	200,00	70,00	40,00
RESULTADO	8,78	6,13	4,93	5,53	3,86	2,69
CRITERIO	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 10	≤ 10
CUMPLE/ NO CUMPLE	CUMPLE	CUMPLE	CUMPLE	CUMPLE	CUMPLE	CUMPLE

8. ANEXOS

ANEXO I. Ensayos. Tratamiento estadístico de datos obtenidos.

QF. José Zamora Guevara
 Jefe de Laboratorio
 20 de septiembre del 2020

Registros

Registro de condiciones ambientales temperatura °c

REGISTRO DE CONTROL DE CONDICIONES AMBIENTALES
CONTROL DE TEMPERATURA

FOR-LAB-33
02-jul-18

AREA:	Físico Químico	TERMOHIGROMETRO:	12-EC-2
MES:	Abril	ANO:	2020
		FACTOR DE CORRECCION:	0,3

JR

Jefe de Laboratorio
Fecha: 30-04-2020

AREA:	Física Químico	TERMOHIGROMETRO:	12-ES-20
MES:	Mayo	ANO:	2020
		FACTOR DE CORRECCION:	0,3

T2
 Jefe de Laboratorio
 Fecha: 29-05-2020

AREA:	Fisico Quimico	TERMOHIGROMETRO:	J2-EQ-20
MES:	Junio	AÑO:	2020
		FACTOR DE CORRECCIÓN:	0,3

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
T°C	21	21	21	20				21	21	21					19	20	21	20	21	21		21	23	22	24	21			21	22	
HORA 1	8:30	9:30	10:30	11:30				13:30	14:30	15:30					17:30	18:30	19:30	20:30	21:30		23:30	00:30	01:30	02:30	03:30			05:30	06:30		
T°C	21	21	21	20				21	21	21					20	20	21	20	21	21		22	23	22	24	21			23	20	
HORA 2	13:30	14:30	15:30	16:30				18:30	19:30	20:30					22:30	23:30	00:30	01:30	02:30	03:30		05:30	06:30	07:30	08:30			10:30	11:30		
PROMEDIO	21	21	21	20				21	21	21					20	20	21	20	21	21		22	23	22	24	21			23	20	
RESP:	AT	AT	AT	AT				AT	AT	AT					AT	AT	AT	AT	AT	AT		AT	AT	AT	AT	AT			AT	AT	

T2
 Jefe de Laboratorio
 Fecha: 30-11-2020

AREA:	Físico Químico	TERMOMIGROMETRO:	32-ED-20
MES:	Julio	AÑO:	2020
		FACTOR DE CORRECCION:	0,3

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
T°C	20	21	20			20	19	19	20	18			19	19	20	21	19			20	20	19	21	20			19	19	20	21	20
HORA 1	7:00	7:30	8:00			8:30	9:00	9:30	10:00	11:00			8:30	9:00	9:30	10:00	11:00			8:30	9:00	9:30	10:00	11:00			8:30	9:00	9:30	10:00	11:00
T°C	20	21	20			20	19	19	20	18			19	19	20	21	19			20	20	19	21	20			19	19	20	21	20
HORA 2	14:00	14:30	15:00			12:00	13:00	13:30	14:00	15:00			13:00	13:30	14:00	14:30	15:00			12:00	13:00	13:30	14:00	15:00			12:00	13:00	14:00	14:30	15:00
PROMEDIO	20	20	20			20	20	19	20	18			19	19	20	20	19			20	20	19	21	20			19	19	20	21	20
RESP:	AT	AT	AT			AT	AT	AT	AT	AT			AT	AT	AT	AT	AT			AT	AT	AT	AT	AT			AT	AT	AT	AT	AT

T 2

Jefe de Laboratorio
Fecha: 31-07-2020

AREA:	Físico Químico	TERMOMIGROMETRO:	32-FO-20
MES:	AGOSTO	AÑO:	2020
		FACTOR DE CORRECCION:	0.06

72

Jefe de Laboratorio
Fecha: 31-08-2020

AREA:	Físico Químico	TERMOMIGROMETRO:	J2-EX-20
MES:	Septiembre	AÑO:	2010
		FACTOR DE CORRECCION:	0.06

Jefe de Laboratorio
Fecha:

AREA:	Físico Químico	TERMOMIGROMETRO:	JZ-ED-20
MES:	Julio	AÑO:	2020
		FACTOR DE CORRECCION:	2

% HUMEDAD	39	38	40				38	39	40	40	39				40	40	38	39	38				39	40	40	38	40				38	39	38	40	38
HORA 1	8:30	9:00	11:00				9:00	9:30	10:00	11:30	11:00				7:00	7:40	7:30	10:00	11:00				7:00	7:30	10:00	11:00	11:30				9:00	11:00	11:30	10:00	11:00
% HUMEDAD	38	38	40				38	39	40	39	39				40	38	38	39	38				38	39	40	39	40				38	40	38	40	39
HORA 2	12:00	13:00	14:00				12:10	12:30	13:00	14:00	15:00				10:00	11:00	15:00	16:00	16:30				11:00	13:00	13:00	16:00	16:00				13:00	14:00	14:00	15:00	16:00
PROMEDIO	38	38	40				38	39	40	39	39				40	39	38	39	38				38	39	40	38	40				38	39	38	40	38
RESP:	OK	OK	OK				OK	OK	OK	OK	OK				OK	OK	OK	OK	OK				OK	OK	OK	OK	OK				OK	OK	OK	OK	OK

TZ

Jefe de Laboratorio
Fecha: 31-07-2020

AREA: Risco Químico TERMOHIGROMETRO: 72-69-20
 MES: Septiembre AÑO: 2012 FACTOR DE CORRECCIÓN:

HUMEDAD	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
HORA 1	32	33	32	32				32	33	35	37				34	41	34	36				34	33	35	39						
HORA 2	32	33	32	32				32	33	35	37				34	41	34	36				34	33	35	39						
PROMEDIO	32	33	32	32				32	33	35	37				34	41	34	36				34	33	35	39						
RESP:	AT	AT	AT	AT				AT	AT	AT	AT				AT	AT	AT	AT				AT	AT	AT	AT						

 Jefe de Laboratorio
 Fecha:

Registro de termómetro de refrigeración

REGISTRO DE CONTROL DE TEMPERATURA

FOR-LAB-37

AREA:	Laboratorio de Salud	REFRIGERACION:	12-62-18
MES:	Agosto	ABD:	Julio
		FACTOR DE CORRECCION:	0.14°C

DIA	8	9	10	11	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
T°C	5.2	5.3	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2
HORA 1	8:30	9:30	10:30	11:30	12:30	13:30	14:30	15:30	16:30	17:30	18:30	19:30	20:30	21:30	22:30	23:30	24:30	25:30	26:30	27:30	28:30
T°C	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2
HORA 2	8:30	9:30	10:30	11:30	12:30	13:30	14:30	15:30	16:30	17:30	18:30	19:30	20:30	21:30	22:30	23:30	24:30	25:30	26:30	27:30	28:30
T°C	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2
PROMEDIO	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2
RESP.	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT	AT

 Jefe de Laboratorio
 Fecha: 30-08-2018

Página 1 de 1

FOR-LAB-37-001

Registros de verificación del destilador de agua

REGISTROS DE VERIFICACIÓN DEL DESTILADOR DE AGUA

Marca/Modelo: Fabricación nacional

Código: JZ-EQ-42

FECHA	Temperatura	CONTROL DE CALIDAD DEL AGUA DESTILADA					RESPONSABLE	OBSERVACIONES
		pH	Promedio	Conductividad	Promedio	Aerobios Totales		
20-Abril-2020	24,9°C	5,73	5,74	3,12	3,13	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,75		3,14				
27-Abril-2020	25°C	5,70	5,70	3,19	3,20	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,70		3,20				
5-Mayo-2020	24,8°C	5,69	5,70	3,00	3,00	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,70		3,00				
11-Mayo-2020	24,7°C	5,58	5,59	3,27	3,26	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,59		3,25				
18-Mayo-2020	25°C	5,70	5,71	3,70	3,72	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,72		3,74				
26-Mayo-2020	24,9°C	5,69	5,70	3,72	3,73	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,71		3,74				
		5

REGISTROS DE VERIFICACIÓN DEL DESTILADOR DE AGUA

Marca/Modelo: Fabricación nacional

Codigo: JZ-EQ-42

FECHA	Temperatura	CONTROL DE CALIDAD DEL AGUA DESTILADA					RESPONSABLE	OBSERVACIONES
		pH	Promedio	Conductividad	Promedio	Aerobios Totales		
1/ Junio / 2020	24.5°C	5.72	5.73	2.08	2.07	<1x10 ⁶	A.T	-
		5.74		2.06				
8/ Junio / 2020	24°C	5.74	5.74	2.15	2.16	<1x10 ⁶	A.T	-
		5.73		2.17				
15/ Junio / 2020	24.5°C	5.62	5.62	3.00	3.00	<1x10 ⁶	A.T	-
		5.62		3.00				
22/ Junio / 2020	24.3°C	5.57	5.58	2.50	2.50	<1x10 ⁶	A.T	-
		5.59		2.50				
29/ Junio / 2020	25°C	5.60	5.60	3.10	3.11	<1x10 ⁶	A.T	-
		5.59		3.12				
6/ Julio / 2020	24.3°C	5.59	5.58	4.72	4.71	<1x10 ⁶	A.T	-
		5.57		4.70				
13/ Julio / 2020	24.7°C	5.58	5.59	4.00	4.01	<1x10 ⁶	A.T	-
		5.60		4.02				

REGISTROS DE VERIFICACIÓN DEL DESTILADOR DE AGUA

Marca/Modelo: Fabricación nacional

Código: JZ-EQ-42

FECHA	Temperatura	CONTROL DE CALIDAD DEL AGUA DESTILADA					RESPONSABLE	OBSERVACIONES
		pH	Promedio	Conductividad	Promedio	Aerobios Totales		
20/ Julio/2020	24,5°C	5,57	5,58	4,00	4,01	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,55		4,01				
27/ Julio/2020	25°C	5,68	5,69	4,50	4,51	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,70		4,51				
31/ Agosto/2020	25,2°C	5,75	5,74	3,99	3,98	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,73		3,97				
10/ Agosto/2020	25,5°C	5,73	5,73	2,50	2,51	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,73		2,51				
17/ Agosto/2020	25,5°C	5,75	5,76	3,00	3,00	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,76		3,00				
24/ Agosto/2020	24,5°C	5,70	5,71	2,59	2,58	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,72		2,57				
31/ Agosto/2020	25,3°C	5,81	5,80	2,79	2,80	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,79		2,81				

REGISTROS DE VERIFICACIÓN DEL DESTILADOR DE AGUA

Marca/Modelo: Fabricación nacional

Código: JZ-EQ-42

FECHA	Temperatura	CONTROL DE CALIDAD DEL AGUA DESTILADA					RESPONSABLE	OBSERVACIONES
		pH	Promedio	Conductividad	Promedio	Aerobios Totales		
7/sep/2020	25°C	5,00	5,00	3,78	3,78	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,00		3,77				
14/sep/2020	24,9°C	5,41	5,41	3,60	3,61	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,40		3,62				
21/sep/2020	25°C	5,60	5,60	3,65	3,65	<1x10 ⁰	A.T	-
		5,59		3,65				

Registro de verificación de Alcalinidad

FECHA		SOLUCIONES STANDARD		RESPONSABLE	OBSERVACIONES
		Codigo JR-19 500mg/L	Codigo JR-20 100mg/L		
27-Abril-2020	-	1004	A.T	-	
18-Mayo-2020	-	1002	A.T	-	
15-Junio-2020	-	1004	A.T	-	
16-Junio-2020	-	1005	A.T	-	
17-Junio-2020	-	1009	A.T	-	
29-Junio-2020	-	1004	A.T	-	
8-Sep-2020	495	-	E.R	-	
9-Sep-2020	495	-	E.R	-	
10-Sep-2020	500	-	E.R	-	
14-Sep-2020	505	-	E.R	-	
18-Sep-2020	500	-	E.R.	-	

Carta control 500mg/L CaCO3

Carta control 1000mg/L CaCO₃

CARTA CONTROL MEDIA Y DESVIACION STANDARD FIJA pH7

Registro de carta control de duplicados

HOJA DE TRABAJO CONTROL DE CALIDAD DE DUPLICADOS

PARAMETRO: Alcalinidad

Error aceptable:

La diferencia entre los resultados de una determinación efectuada por duplicado no debe exceder de 10mg/L CaCO₃, caso contrario deberá repetirse la determinación con una nueva muestra

No	FECHA	N° de Laboratorio	mg/L. (colocar unidades)		Diferencia Obtenida	Diferencia Aceptable 10	LABORATORISTA
			L1	L2			
1	15/06/2020	JZ-20-0089-01	200,00	204,00	4,00	10	A.T
2	16/06/2020	JZ-20-0102-01	259,00	260,00	1,00	10	E.R
3	17/06/2020	JZ-20-0115-01	200,00	200,00	0,00	10	A.T
4	29/06/2020	JZ-20-0120-02	200,00	202,00	2,00	10	E.R
5	08/09/2020	JZ-20-0175-01	260,00	258,00	2,00	10	A.T
					0,00	10	
					0,00	10	
					0,00	10	
					0,00	10	
					0,00	10	
					0,00	10	

Carta control