



**UNIVERSIDAD NACIONAL PEDRO RUIZ GALLO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS**  
**ALIMENTARIAS**  
**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL**

Determinación de la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$  para el ensayo de dco y  
mejorar el método estándar 5220d en la matriz de aguas salinas,  
en SGS del Perú SAC-Cajamarca.

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE**  
Ingeniero Químico

**AUTOR**

**Bach. Yajaira Yosellin Farro Bravo**

**ASESORA**

Dra. Cabrera Salazar Tarcila Amelia

CODIGO ORCID N° 0000-0001-2152-9605-2152

**LAMBAYEQUE – PERÚ**

**2024**



**UNIVERSIDAD NACIONAL PEDRO RUIZ GALLO**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS**  
**ALIMENTARIAS**  
**ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL**

Determinación de la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$  para el ensayo de dco y mejorar el método estándar 5220d en la matriz de aguas salinas, en SGS del Perú SAC-Cajamarca.

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE**  
**Ingeniero Químico**

**APROBADO POR EL SIGUIENTE JURADO**

---

**Dr. Ygnacio Santa Cruz Abraham**  
**PRESIDENTE DEL JURADO**

---

**M.Sc. Sachún García Rubén Darío**  
**SECRETARIO DEL JURADO**

---

**M.Sc. Diaz Paredes Manuel Antonio**  
**VOCAL DEL JURADO**

---

**DRA. Cabrera Salazar Tarcila Amelia**  
**ASESORA**

## **DEDICATORIA**

A Dios por permitirme tener vida,  
salud y así poder cumplir mis metas  
trazadas

A mis padres Tania y Carlos,  
que gracias a ellos pude culminar mi carrera,  
dándome siempre su apoyo incondicional.

A mi familia, mi esposo Eduardo  
Sernaqué Díaz, por ser mi constante apoyo a  
terminar este trabajo, por siempre darme  
la fuerza para no rendirme y a mi hijita  
Shayna Rafaella Sernaqué Farro,  
por ser la personita que hace que quiera  
crecer cada día más.

A mis amigas, Xiomery y Jackie  
que sin ellas no hubiese podido  
obtener los datos necesarios para  
el desarrollo de este trabajo.

## **AGRADECIMIENTO**

A los responsables de la FIQIA, al Decano Dr. Cesar Monteza Arbulú y a las personas que trabajan de la mano con él, encargadas de apoyar a los egresados a obtener el título profesional.

A mi asesora la DRA. Tarcila Cabrera Salazar, encargada de guiarme y darme ánimos a no desfallecer en este proceso, y cumplir con mi meta de obtener el título universitario.

A la Empresa SGS de Cajamarca, por permitirme trabajar y aprender cada día más para crecer como profesional.

## INDICE

CAPITULO I: Aspectos generales del tema elegido .....	14
1.1. Descripción general de experiencia.....	14
1.1.1. Descripción general de la empresa .....	14
1.1.2. Historia de la Empresa .....	14
1.1.3. Misión .....	16
1.1.4. Visión .....	16
1.1.5. Principios Empresariales.....	16
1.1.6. Política de calidad, seguridad, salud ocupacional y medio ambiente .....	17
1.1.7. Funciones de Analista de Laboratorio.....	19
1.2. Definición de términos. ....	53
CAPITULO II: Fundamentación sobre el tema elegido. ....	59
2.1. DETERMINACIÓN DE LA PROBLEMÁTICA DEL ENSAYO DE DQO.....	59
2.2. DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE $Hg_2SO_4$ PARA LA MEJORA DEL MÉTODO APHA 5220D. ....	60
CAPITULO III: Aportes y desarrollo de experiencias. ....	72
3.1. Resultados de la implementación para la obtención óptima del reactivo. ....	72
CONCLUSIONES .....	77
RECOMENDACIONES.....	78
REFERENCIAS.....	79
ANEXOS .....	82

## INDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1</b>	Volumen de muestra establecido con respecto a Rango de Conductividad. ....	32
<b>Tabla 2</b>	Correlación entre Conductividad y las Diluciones.....	36
<b>Tabla 3</b>	Controles de calidad que se aplican para esta metodología. ....	37
<b>Tabla 4</b>	Preparación de concentraciones de soluciones intermedias para spikes. ....	37
<b>Tabla 5</b>	Volúmenes de soluciones intermedias, antes de enrazar. ....	38
<b>Tabla 6</b>	Longitudes de luz para las concentraciones de NO <sub>2</sub> -N indicadas .....	45
<b>Tabla 7</b>	Concentración de SO <sup>-2</sup> <sub>4</sub> versus Turbidez (NTU).....	50
<b>Tabla 8</b>	Absorbancias y concentraciones de la prueba del 04/04/2022.....	72
<b>Tabla 9</b>	Absorbancias y concentraciones de la prueba del 08/04/2022.....	73
<b>Tabla 10</b>	Absorbancias y concentraciones de la prueba del 11/04/2022. ....	74
<b>Tabla 11</b>	Absorbancias y concentraciones de la prueba del 16/04/2022. ....	75

## INDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> Secuencia del software Chromeleon para la lectura de corrida de aniones.....	39
<b>Figura 2</b> Picos resultantes del software Chromeleon.....	39
<b>Figura 3</b> Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna g a la r. ....	62
<b>Figura 4</b> Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna i a la u. ....	63
<b>Figura 5</b> Coeficiente de correlación de 0.99585 .....	64
<b>Figura 6</b> Patrón dentro del límite .....	65
<b>Figura 7</b> Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna g a la r. ....	66
<b>Figura 8</b> Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna i a la u .....	66
<b>Figura 9</b> Coeficiente de correlación de 0.99585 .....	67
<b>Figura 10</b> Patrón dentro del límite .....	67
<b>Figura 11</b> Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna g a la r. ....	68
<b>Figura 12</b> Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna i a la u. ....	68
<b>Figura 13</b> Coeficiente de correlación de 0.99940 .....	69
<b>Figura 14</b> Patrón dentro del límite .....	69
<b>Figura 15</b> Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna g a la r. ....	70
<b>Figura 16</b> Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna i a la u. ....	70
<b>Figura 17</b> Coeficiente de correlación de 0.99940 .....	71
<b>Figura 18</b> Patrón dentro del límite .....	71

## ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1 Curva de calibración para rango bajo del método de DQO. ....	82
Anexo 2 Soluciones controles para rango bajo.....	82
Anexo 3 Soluciones preparadas para el uso del método 5220D-Método colorimétrico.....	82
Anexo 4 Encabezado de un documento relacionado por la empresa SGS del Perú .....	83
Anexo 5 Ficha de competencia técnica de Yajaira Farro Bravo para el método 5220D en la matriz de agua salina.....	84

-

## RESUMEN

El objetivo de este trabajo de suficiencia profesional fue informar la mejora del método estándar 5220D, indicando la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$  para el ensayo de DQO en matriz de aguas salinas en la empresa SGS del Perú SAC-Cajamarca.

El interferente principal de las aguas salinas son los cloruros, para eliminar en gran parte este interferente, se requiere hallar la cantidad óptima del  $\text{HgSO}_4$ , para esto se hicieron 4 pruebas, 2 por semana, realizando los respectivos controles de calidad (blanco y patrón) y la curva de calibración para rango bajo, se usa esta curva porque según el aspecto físico de las muestras salinas llegadas a laboratorio tienen el aspecto que corresponde a muestras de rango bajo.

Este proyecto de mejorar el método, se realizó de la mano con la supervisora de área encargada de la gestión de calidad, la cual hizo posible el estudio correspondiente de la validación y verificación del método 5220D, aplicando los parámetros de validación y por parte de la autora haciendo las pruebas correspondientes para definir cuál sería la cantidad óptima del  $\text{HgSO}_4$ , lográndose constar que la cantidad óptima es de 4.5 g de  $\text{HgSO}_4$  en 15 ml de muestra de agua salina.

**Palabras claves:** Cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$ , Aguas salinas, Cloruros.

## ABSTRACT

The objective of this professional proficiency work was to report the improvement of the 5220D standard method, indicating the optimal amount of HgSO<sub>4</sub> for the COD test in saline water matrix in the company SGS del Perú SAC-Cajamarca.

The main interferent in saline waters is chlorides. To largely eliminate this interferent, it is necessary to find the optimal amount of HgSO<sub>4</sub>. For this, 4 tests were carried out, 2 per week, performing the respective quality controls (blank and standard). and the calibration curve for low range, this curve is used because according to the physical appearance of the saline samples arrived at the laboratory they have the appearance that corresponds to low range samples.

This project to improve the method was carried out hand in hand with the area supervisor in charge of quality management, which made possible the corresponding study of the validation and verification of the 5220D method, applying the validation parameters and by the author doing the corresponding tests to define what would be the optimal amount of HgSO<sub>4</sub>, establishing that the optimal amount is 4.5 g of HgSO<sub>4</sub> in 15 ml of saline water sample.

**Keywords:** Optimal amount of HgSO<sub>4</sub>, Saline waters, Chlorides.

## INTRODUCCIÓN

Actualmente se utilizan diversas metodologías para realizar el ensayo de DQO. Estas sirven como base para la elaboración de regulaciones en distintos países y son utilizadas por diversas organizaciones. Las principales son las siguientes: a) La metodología 5220 "Demanda Química de Oxígeno" incluida en la revista "Métodos Estándar para el Examen del Agua y Aguas Residuales" emitida por la Asociación Estadounidense de Salud Pública. b) El estándar D1252-06(2012) e1 "Métodos Estándar para la Demanda Química de Oxígeno (Demanda de Oxígeno de Dicromato) en Agua," establecido por la Sociedad Estadounidense de Pruebas y Materiales (ASTM). c) La norma 15705:2002 "Determinación de la Demanda Química de Oxígeno en Agua (ST-COD) - Método en Tubo Cerrado a Pequeña Escala" propuesta por la Organización Internacional de Normalización (ISO). La a y b son similares entre sí en términos de procedimiento, materiales y en estructuras, mientras que la última difiere en su enfoque y estructura, aunque todas hacen uso de los mismos materiales. (García, 2015, p. 12).

En otro estudio llevado a cabo en Perú, se investigó la disminución de los niveles de Demanda Química de Oxígeno (DQO) y Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) en el agua residual de un laboratorio de análisis químicos mediante la aplicación de vermifiltros. (Pérez, 2018).

En SGS sede Cajamarca, en el laboratorio de físico-química, se requería pasar una auditoría por INACAL para acreditar una nueva matriz de aguas (aguas salinas), acorde con la normativa ISO/IEC 17025:2017 en varios métodos; entre ellos el método de DQO, pasando por una certificación respectiva, el problema en esta nueva matriz es el alto contenido de cloruros, que es uno de los interferentes para el método de DQO, no se podía realizar el procedimiento habitual, porque dentro de los tubos de ensayo la muestra en contacto con las soluciones digestoras comenzaban a burbujear y al terminar esta reacción se llenaban de sal, al tener esta

aparición no se podían leer en el espectrofotómetro, entonces se tenía que tratar las muestras. El inconveniente para tratar estas aguas es llegar a saber la cantidad de  $\text{HgSO}_4$  que se debe utilizar, tratando de optimizar la cantidad de dicho reactivo y gastar en lo posible lo más mínimo de muestra.

En el laboratorio se trabaja con la revista científica llamada “Método Estándar para el examen de agua y aguas residuales”, y dentro de esta se utiliza el ensayo 5220D (Reflujo cerrado- de reflujo). Aunque se especifica usar 1 gramo de  $\text{HgSO}_4$  por cada 50 mililitros de muestra,( según el método colorimétrico) donde se menciona las interferencias en cómo y con que tratarlas, específicamente haciendo referencia a las complicaciones causadas por la presencia de cloruros, sugiriendo que es posible reducirlo considerablemente, aunque no en su totalidad, formando así complejos con sulfato, antes de llevar a cabo el procedimiento es factible emplear una cantidad menor de la sustancia química siempre que se conozca la concentración de cloruro en la muestra es menor a 2000 mg/l de muestra, cuando se mantenga una proporción en peso de 10 g de  $\text{HgSO}_4$  con 1 de  $\text{Cl}^-$ . También menciona la no utilización del método en muestras que sobrepasen los 2000 mg Cloruro por litro; se puede utilizar una dilución de la muestra si la concentración de DQO es lo suficientemente alta como para evitar la dilución por debajo del límite de detección. Hay diversas técnicas disponibles para medir la DQO en aguas con alta concentración de cloruros y bajos niveles de DQO. Estas técnicas modificadas incluyen un procedimiento de titulación que proporciona valores de DQO en aguas con una alta concentración de cloruros. (American Public Health Association et al., 2017, pp. 5-17, 5-18)

En vista de la situación presentada surge la interrogante de estudio: ¿Cómo se determinó la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$  para el ensayo de DQO en la mejora del método estándar 5220d en la matriz de aguas salinas? Así mismo se justifica la interrogante, haciendo las pruebas

necesarias en laboratorio determinando la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$  para el ensayo de DQO y ayudándonos a pasar de forma satisfactoria la auditoría por Inacal., siendo el objetivo general: Informar la mejora del método estándar 5220D, indicando la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$  para el ensayo de DQO en matriz de aguas salinas. De igual manera se detallan los objetivos específicos: a) Realizar ensayos físico-químicos en aguas industriales, superficiales, salinas, residuales, de consumo humano. b) Realizar los controles de calidad (blanco, patrón, adición y duplicado de adición) y preparación de curva que se realiza en el laboratorio de fisicoquímica en SGS del Perú SAC-Cajamarca. c) Determinar la cantidad óptima del  $\text{HgSO}_4$  para el ensayo de DQO. d) Mejorar el método estándar 5220D para la eliminación de interferentes en la matriz de aguas salinas.

Se informa las mejoras del método estándar 5220d, según el objetivo general, indicando que la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$  es de 4.5 g en 15 ml de muestra de agua salinas, este tratamiento fue el más óptimo y recomendable para la mejora del método, ya que, con esta cantidad según pruebas en laboratorio, se elimina en gran cantidad los cloruros que son los interferente de esta matriz de agua.

De tal manera, para los objetivos específicos se realizaron los controles de calidad para proporcionar la confiabilidad de las pruebas, ayudando a determinar la cantidad óptima del  $\text{HgSO}_4$ .

## **CAPITULO I: Aspectos generales del tema elegido**

### **1.1.Descripción general de experiencia**

#### **1.1.1. Descripción general de la empresa**

SGS S.A (Société Générale de Surveillance), es aquella empresa suiza de alcance internacional, en colaboración con sus sucursales y asociados comerciales, ofrece asistencias relacionados con la supervisión, pruebas y certificación.

En Perú, creamos beneficios para nuestros clientes mediante la adquisición y evaluación de información especializada, además de la creación de servicios y herramientas tecnológicas vanguardistas que se integran de forma eficiente con sus requerimientos de optimización en procesos, sistemas y productos. Tenemos una plantilla de 2,000 expertos, oficinas y laboratorios estratégicamente distribuidos en más de 30 ubicaciones en todo el país.

#### **1.1.2. Historia de la Empresa**

Un joven inmigrante letón, llamado Henri Goldstück en 1878, se encontraba en el puerto de Rouen, Francia, uno de los principales puertos de Europa, contemplaba atentamente el movimiento de las embarcaciones. Fue entonces cuando notó que los exportadores de cereales estaban incurriendo en pérdidas ya que no se encontraban al momento del envío. Los importadores pagaban únicamente por la cantidad de cereal recibida, sin considerar la cantidad enviada. Durante el traslado, se propiciaban pérdidas de cereal a causa de robos y fugas.

La idea del joven era salvaguardar los derechos del exportador y el importador al inspeccionar y verificar la cantidad y calidad del cereal en el punto de llegada. A cambio de este trabajo, recibiría una paga del exportador, la cual estaría basada en el valor del envío.

El joven pidió ayuda a un compañero para que le preste dinero y comience este nuevo negocio empezando a verificar los envíos de grano a su llegada a Rouen. Esto logró reducir las pérdidas de los exportadores y aumentar sus ganancias. La recomendación de boca a boca contribuyó a la difusión del valor de este servicio, resultando en un rápido crecimiento del negocio. Los dos emprendedores, tras asociarse, establecieron formalmente la compañía un 12 de diciembre de 1878. Solo en un año, la entidad ya contaba con oficinas en los puertos de Le Havre, Dunkirk y Marsella, principales puertos de Francia.

En el año 13, la empresa se había consolidado como una de las principales en el ámbito de la inspección de cereales, examinando anualmente 21 millones de toneladas de grano, esto se debía a su extensa red de 45 oficinas distribuidas en todo el continente europeo.

En 1915, durante la guerra, la sede de la empresa es trasladada a Ginebra (Suiza) para seguir con el trabajo, y en el año 1919 la compañía adopta su nombre actual, Société Générale de Surveillance. En 1928, la empresa creció a tal punto de tener oficinas y filiales internacionalmente en 21 países.

En la segunda mitad del siglo XX, SGS inicia un proceso de expansión y diversificación, ampliando sus servicios de inspección, ensayos y verificación para diversos sectores, incluyendo el industrial, el minero, así como el de gas, petróleo y productos químicos, entre otros. En el 81, la compañía se incorpora a la Bolsa de Valores de Suiza, y en 2001 se establece la estructura organizativa actual de SGS.

Hoy en día, SGS trabaja en diversos sectores industriales, cuenta con una plantilla de más de 97.000 empleados distribuidos en 2.600 oficinas y laboratorios, y lleva a cabo actividades en prácticamente todos los países del mundo. Desde sus modestos inicios como una empresa de inspección de cereales en 1878, ha experimentado un crecimiento constante hasta convertirse en el líder actual de la industria. Este logro ha sido posible gracias a su dedicación a la mejora y la innovación continua, así como a la reducción de riesgos y el

aumento de la productividad mediante la optimización de las operaciones de sus clientes. Para el futuro SGS quiere seguir expandiéndose y continuar superando las expectativas de sus clientes y de la sociedad en general, ofreciendo servicios de acorde a la necesidad del mercado.

### **1.1.3. Misión**

Contribuir al bienestar de la sociedad mediante la creación de un entorno sostenible es nuestro objetivo. A través de nuestras labores, nos esforzamos por asegurar la seguridad.

### **1.1.4. Visión**

Aspiramos a ser la organización de servicios más competitiva y más productiva del mundo. Nuestras competencias clave en inspección, verificación, ensayos y certificación se someten a un proceso de mejora continua para mantenernos a la vanguardia del sector. Son la médula espinal de nuestra identidad. Los mercados de elección están determinados únicamente por nuestra capacidad de ser los más competitivos, y de ofrecer sistemáticamente servicios sin rival a nuestros clientes de todo el mundo.

### **1.1.5. Principios Empresariales**

Son el pilar fundamental que sustenta todas nuestras acciones. Estas creencias y comportamientos se perciben como principios fundamentales y generales que orientan nuestras decisiones y nos posibilitan personificar la identidad de la marca SGS en cada una de nuestras actividades.

**Integridad:** La integridad ocupa un lugar central en SGS, siendo la confianza que generamos en nuestros clientes y partes interesadas la piedra angular de nuestro éxito.

**Salud, seguridad y medio ambiente:** Nos comprometemos a crear entornos de trabajo seguros y saludables, así como a preservar el medio ambiente.

**Calidad y profesionalismo:** Nuestra prioridad es actuar y comunicarnos de manera responsable, asegurando altos estándares de calidad y profesionalismo en todas nuestras acciones.

**Respeto:** Nos esforzamos por tratar a todas las personas con equidad y respeto, garantizando un trato justo e igualitario en todas las interacciones.

**Sostenibilidad:** Nuestro compromiso es contribuir a la creación de un mundo mejor, más seguro y más conectado. Nos guía un propósito definido, y aprovechamos nuestra presencia y alcance global para promover un futuro más sostenible.

**Liderazgo:** Nos identificamos como individuos apasionados e innovadores, con una constante aspiración hacia la mejora continua.

#### **1.1.6. Política de calidad, seguridad, salud ocupacional y medio ambiente**

SGS del Perú S.A.C forma parte del grupo SGS, una destacada entidad a nivel mundial, ofreciendo servicios en inspección, verificación, ensayos, certificación y formación para una amplia variedad de sectores económicos e industrias diversas. Alineados con la política SGS.

##### **Nuestra política integrada se centra en los siguientes aspectos:**

Garantizar un entorno laboral seguro, con condiciones y equipos que preserven la salud e integridad de nuestros colaboradores. Además, proporcionamos entrenamiento y capacitación para dotar a nuestros empleados del conocimiento necesario para desempeñar sus funciones de manera efectiva.

Garantizar un entorno laboral seguro, con condiciones y equipos que preserven la salud e integridad de nuestros colaboradores. Además, proporcionamos entrenamiento y capacitación para dotar a nuestros empleados del conocimiento necesario para desempeñar sus funciones de manera efectiva.

Satisfacción total de nuestros clientes, a través de la aplicación de principio de calidad y profesionalismo, en el contexto de lo establecido por el Código de Integridad e Imparcialidad en el desarrollo de actividades en todas las etapas del proceso de la prestación de nuestros servicios.

**Nos comprometemos a:**

Prevenir incidentes, lesiones, dolencias y enfermedades ocupacionales tanto de nuestros trabajadores como de clientes, proveedores, contratistas, visitantes y todos los que se encuentren bajo nuestra responsabilidad, alineados a un enfoque de control de peligros y minimización de riesgos operacionales.

Abogamos por el uso racional de los recursos naturales, promoviendo la correcta identificación de los aspectos ambientales que puedan generar nuestras actividades con la meta de prevenir, mitigar y controlar los impactos ambientales, considerando tanto a colaboradores, contratistas y visitantes.

Cumplimos los requisitos legales, reglamentarios, otros compromisos establecidos por la organización y acuerdos colectivos de:

- ✓ Relacionado a los peligros tenemos a la Seguridad y Salud Ocupacional.
- ✓ A sus aspectos ambientales: medio ambiente.
- ✓ A los servicios: aplicado a los servicios proporcionados.
- ✓ En cada fase de la prestación de nuestros servicios a los clientes, mantener la calidad y aplicar las buenas prácticas profesionales.
- ✓ Mantener la calidad y las buenas prácticas profesionales durante la realización de los servicios brindados a nuestros clientes.
- ✓ Mejorar continuamente la eficacia de los Sistemas de Gestión de Calidad, Seguridad, Salud Ocupacional y Medio Ambiente (CSSMA), identificando objetivos de mejora y gestionando riesgos y controles necesarios.

- ✓ Asegurar la participación activa de los colaboradores y sus representantes en todos los aspectos del CSSMA.
- ✓ Informar la política CSSMA a todos los niveles de la organización y las partes interesadas para así lograr la participación y compromiso de todos nuestros colaboradores.

#### **1.1.7. Funciones de Analista de Laboratorio**

Se iniciaron las funciones de Analista de Laboratorio desde octubre del 2021 a Julio del 2023 en la Empresa SGS del Perú S.A.C, desempeñando las siguientes responsabilidades a mi cargo:

##### **Funciones principales**

- ❖ Preparar soluciones a partir de los reactivos y estándares para los análisis.
- ❖ Realizar los ensayos haciendo los controles necesarios.
- ❖ Presentar de manera organizada los datos recopilados e información necesaria para la evaluación y/o validar los resultados.
- ❖ Cumplir con el programa de Aseguramiento de la Validez de Resultados establecidos para el método de ensayo.
- ❖ Identificar No Conformes durante la ejecución de las actividades y proponer las acciones necesarias.
- ❖ Programar las actividades de acuerdo con las prioridades establecidas por el encargado del Laboratorio.
- ❖ Mantener orden y limpieza en el laboratorio.
- ❖ Realizar los ensayos de acuerdo con los procedimientos o métodos de ensayo y aplicando las buenas prácticas de laboratorio, imparcialidad, confidencialidad con la información generada, algunos ensayos a mi cargo fueron los siguientes y antes de proceder a realizarlos se verifican y registran los controles ambientales así como

también verificar que los equipos y conexiones eléctricas estén en buen estado antes de comenzar la actividad y si se requiere ajustar o calibrarlos se procede a realizarlos.

**a) Ensayos Fisicoquímicos/Volumétricos**

- **Acidez**

- ✓ **Interferencias**

Desde la toma de muestras hasta la titulación, pueden perderse o ganarse gases disueltos que contribuyen a la acidez o la alcalinidad, como CO<sub>2</sub>, sulfuro de hidrógeno o amoníaco. Para minimizar estos efectos se sugiere llevar la titulación justo después de abrir el frasco que contiene la muestra, sin agitarse.

Si el método se realiza por potenciometría, cualquier elemento extraño presente en la muestra como: las materias oleosas, los sólidos suspendidos, los precipitados de desecho pueden cubrir el electrodo de vidrio y producir una respuesta lenta, es probable que aparezcan dificultades de este tipo en una curva de titulación errática, por eso se recomienda limpiar el electrodo con papel o con una solución según especifique el manual del electrodo.

Aquellas muestras de aguas residuales industriales, drenaje de ácidos minerales u otras soluciones que contienen cantidades significativas de iones metálicos hidrolizables, como hierro, aluminio y manganeso, se someten a un tratamiento con peróxido de hidrogeno caliente (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) esto asegura la oxidación de cualquier forma reducida de cationes polivalentes, y luego se hierven para llevar a cabo una hidrólisis acelerada.

- ✓ **Procedimiento**

Con la muestra limpia, se procede con el análisis

Transferir a un Beaker (ubicar la punta de la pipeta cerca del fondo del Beaker)

Medir el pH de la muestra.

Titular con solución estandarizada de NaOH 0.02 N hasta pH 8.3, registrar el volumen de gasto del titulante

Para muestras que tengan un gasto mayor a 25mL, se titula con solución de hidróxido de sodio 0.1N o se toma una alícuota menor.

**Tener en cuenta:** Tanto la estandarización como la titulación de las muestras se llevan a cabo con la bureta digital de 25 mL, el volumen gastado en la estandarización es registrado dentro del esquema de trabajo.

**Tener en cuenta:** De ser o no necesario el tratamiento con peróxido caliente en la muestra, se deberán digitar los datos de volumen de gasto y normalidad del ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) el SLIM.

- **Alcalinidad total/ bicarbonatos/ carbonatos/ alcalinidad bicarbonatos/ alcalinidad carbonatos**

✓ **Procedimiento/instrucción**

Tomar 100 ml o 200ml de muestra en un vaso de precipitado usando una pipeta volumétrica sin que la muestra sea movida.

Determinar el pH de la muestra y registrarlo en el sistema.

Luego titular hasta un pH de 8.3 con una solución estandarizada de Ácido Sulfúrico.0.02 N y registrar el volumen del titulante.

Seguir con la titulación hasta llegar a un pH 4.5 y registrar el volumen total del titulante.

Tener en cuenta lo siguiente:

Para alcalinidades menores a 20mg/L, se utiliza una alícuota de 100ml a 200ml de muestra, titulándose con una solución de ácido sulfúrico de 0.02N.

Para muestras que tengan un gasto mayor a 25mL, se titula con solución de ácido sulfúrico 0.1N o se toma una alícuota menor.

Tanto la estandarización con la titulación de las muestras es realizada con una bureta digital de 25 ml, el registro del volumen gastado en estandarización se encuentra registrado dentro del esquema de trabajo.

Para alcalinidad fenolftaleína considerar en la titulación de la muestra el gasto hasta llegar a pH final de 8.3, con el cual se procede a realizar los cálculos.

Para alcalinidad hidróxido considerar en la titulación de la muestra el primer gasto de ácido cuando llega a pH de 8.3 y luego seguir titulando hasta un gasto final a pH 4.5.

✓ **Interferencias**

Cualquier material extraño, pueden cubrir el electrodo y causar una respuesta lenta como jabones, grasas, etc. Dar tiempo para que el electrodo llegue a su respuesta y después seguir titulando.

✓ **Cálculos y expresión de resultados**

**Para convertir Alcalinidad Carbonato de mg/L como CaCO<sub>3</sub> a mg/L como CO<sub>3</sub><sup>-2</sup>:**

CaCO<sub>3</sub> tiene peso molecular de 100g/mol

CO<sub>3</sub><sup>-2</sup> tiene como peso molecular 60g/mol

Por lo tanto, cada miligramo de CaCO<sub>3</sub> contiene  $60/100 = 0.6$  CO<sub>3</sub><sup>-2</sup> mg/L

La conversión sería la siguiente:

**Alc. Carbonato como CO<sub>3</sub><sup>-2</sup> (mg/L) = 0.6 \* Alc. Carbonato como CaCO<sub>3</sub> (mg/L)**

**Para convertir Alcalinidad Bicarbonato de mg/L como CaCO<sub>3</sub> a mg/L como HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>**

Considerar la siguiente reacción:



CaCO<sub>3</sub> tiene peso molecular de 100g/mol

El anión HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> tiene como peso molecular 61g/mol

Por lo tanto, cada mol de Ca (HCO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> corresponde a un mol de CaCO<sub>3</sub> (100 g) y

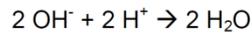
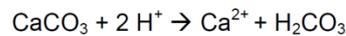
contiene 2 x 61g = 122 g de HCO<sub>3</sub>

La conversión es como sigue:

Alc. Bicarbonato como HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> (mg/L) = 1.22 \* Alc. Bicarbonato como CaCO<sub>3</sub> (mg/L)

**Para convertir Alcalinidad Hidróxido de mg/L como CaCO<sub>3</sub> a mg/L como OH-**

Las siguientes reacciones de CaCO<sub>3</sub> y de iones de hidróxido con protones (ácido):



En términos de consumo de protones, 2 moles de iones de hidróxido (OH<sup>-</sup>) son equivalentes a un mol (100 g) de CaCO<sub>3</sub>. Puesto que el PM de OH<sup>-</sup> es 17 g/mol, la conversión es como sigue:

Alc. Hidróxido como OH<sup>-</sup> (mg/L) = 0.34 \* Alc. Hidróxido como CaCO<sub>3</sub> (mg/L)

Alc. Hidróxido como CaCO<sub>3</sub> (mg/L) = Alc. Hidróxido como OH<sup>-</sup> (mg/L)/0.34

- **Dureza cálcica**

- ✓ **Procedimiento**

Tratamiento para muestras contaminadas una previa digestión ácido nítrico –ácido sulfúrico

Preservación y almacenamiento:

1. Usar ácido nítrico para preservar las muestras y llegar a un PH < 2.

2. Interferencias: Cu 2mg, Fe 20mg, Mn 10mg, Zn 5mg, Pb 5mg, Al 5mg, Sn 5mg, el ortofosfato precipita el calcio a un pH de 12-13, Sr y bario da una interferencia positiva, alcalinidad total >300mg podría causar puntos finales indistintos de aguas duras.

Tomar 50mL de volumen de la muestra o hacer diluciones hasta un volumen de 50ml si la muestra lo requiere.

Añadir 2mL suficiente para dar un pH de 12 a 13 en el punto final (Revisar si llega el pH o si es necesario adicionar más tampón)

Añadir 0.2 g de indicador murexida (200mg de murexida con 100 g NaCl solido debidamente triturado)

Titular con solución EDTA estandarizado al 0.01M, poco a poco, agitándose. Hasta que desaparezcan los matices rojos y se visualice el color violeta.

Cuando hay interferencias no hay presencia de color por más que se siga titulando, para esto realizar una digestión acida y continuar con el análisis.

Anotar el gasto de la solución titulante EDTA estándar de 0.01M y realizar los cálculos respectivos.

- **Dureza total**

- ✓ **Procedimiento/ instrucción**

Desde que se agrega la solución tampón, la titulación debe durar 5 minutos como máximo, a partir de la adición del tampón, para minimizar la tendencia de precipitación del  $\text{CaCO}_3$  luego de adicionar el tampón, revisar que el pH se esté en  $10 \pm 0.1$  antes de realizar la titulación, el negro de ericromo T se usa como indicador el cual al adicionarle a la muestra que contiene la solución tampón, esta cambia a una coloración rojo vino. En el curso de la titulación de la muestra con la solución EDTA, el calcio y magnesio son acomplejados, en cuanto todo el calcio y magnesio ha reaccionado por completo con el titulante la muestra cambia a un color azul indicando el final de la titulación

Cuando hay interferentes se dificulta identificar el punto final neto, lo que hace necesario añadir un inhibidor antes de realizar la titulación.

De acuerdo a la metodología para la titulación se trabaja con un volumen de 25 mL de muestra, sin embargo, para muestras de baja concentración se puede trabajar con volúmenes

desde 100 hasta 1000 mL, teniendo en cuenta que el gasto de EDTA no debe superar los 15 mL, entonces se procede de la siguiente manera:

Tomar 25 mL de muestra y diluir a 50 mL con agua purificada

Añadir solución buffer (1 a 2 mL)

Verificar el pH de la muestra se encuentre en 10 +/- 0.1.

Añadir el indicador Negro de Eriocromo T (1 o 2 gotas de)

Titular utilizando EDTA agregando lentamente con agitación continua.

Finalizar la titulación cuando la solución se torne de color azul intenso.

Registrar el volumen gastado.

#### ✓ **Interferencias**

Uno que otro ión metálico, interfieren produciendo puntos finales débiles o indiferenciados o provocando un consumo estequiométrico de EDTA, esto se reduce añadiéndose el inhibidor antes de la de la titulación o realizar un tratamiento preliminar a la muestra antes de la titulación. (section 3030 E, APHA-AWWA 24th Edition).

También las materias orgánicas en suspensión o coloidales interfieren en el punto final, esta interferencia se elimina mediante: calentamiento en horno a 550°C, la evaporación y por secado en baño de vapor de la muestra hasta que se haya la oxidación completa de la materia orgánica. Dilúyase lo que queda en 20mL de HCl 1N, neutralícese con hidróxido de sodio 1N a un pH 7 y llene la fiola hasta 50mL con agua destilada; se enfría a temperatura ambiente y continúese de acuerdo al procedimiento general.

Considérese como muestras contaminadas aquellas que tengan presencia de partículas en suspensión, olor, color, apariencia opaca.

- **Dureza magnésica**

La dureza Magnésica puede ser estimada a través de la diferencia entre la dureza total y la dureza cálcica expresada en mg CaCO<sub>3</sub>/L

Según:

$$\text{Mg mgCaCO}_3/\text{L} = (\text{dureza total mg CaCO}_3/\text{L}) - (\text{dureza Cálctica mgCaCO}_3/\text{L})$$

- **Cloruros**

- ✓ **Principio**

En una muestra neutra o ligeramente alcalina, el cromato potásico puede indicar el punto final de la titulación de cloruros con nitrato de plata, ya que se forma el precipitado de cloruro de plata cuantitativamente antes de formarse el cromato de plata de color rojo.

- ✓ **Interferencias**

Las interferencias iones sulfuros, tiosulfato y sulfato se eliminan con un tratamiento de peróxido de hidrógeno.

El ortofosfato con más de 25 mg/l interfiere por precipitar como fosfato de plata.

El hierro por encima de 10 mg/l interfiere porque enmascara el punto final.

- ✓ **Procedimiento**

**Estandarizar:**

Estandarícese el AgNO<sub>3</sub> titulante con 20 mL de NaCl 0.0141N (por triplicado).

**Tratamiento de blanco de reactivo:**

Establézcase el valor del blanco de reactivos tomando 100 mL de agua purificada y seguir los pasos como si fuera una muestra más (lo usual es un blanco de 0.2 a 0.3 mL).

**Preparación de la muestra:**

Utilizar una muestra de 100 mL o una porción diluida a 100 mL.

### **Tratamiento de interferentes:**

Para eliminar posibles interferentes de sulfuro, sulfito o tiosulfato presentes, agregar 1 mL de peróxido al 30%, y mezclar por 1 minuto.

Añadir 3 mL de suspensión de  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , si la muestra tiene color, mezclar, dejar sedimentar y luego filtrar.

### **Titulación:**

El pH de la muestra debe estar en un rango de 8.5 +/- 0.5, de lo contrario ajustar el pH con NaOH 1N o  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N según sea el caso.

Agregar 1 mL  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  que es la solución indicadora.

Titular con  $\text{AgNO}_3$  patrón hasta un punto final rojo o naranja tenue.

### **b) Ensayos Fisicoquímicos /Electrométricos**

- **Conductividad**

- ✓ **Procedimiento**

Realizar la calibración del Conductímetro con solución estándar de calibración de 1413 us/cm, según ANA-IO- I&E-ENV.9.

Luego de calibrar el equipo se verifica con una solución patrón de 1413 us/cm (Debe ser de distinto lote).

Después de verificar el equipo, la celda de conductividad se enjuaga con agua purificada en repetidas veces y se procede a realizar las lecturas de patrones de verificación (100us/cm y 12.9ms/cm) y muestras en unidades de us/cm o ms/cm según corresponda, los valores de conductividad medidos ya están corregidos a 25°C.

Para la sede de Cajamarca: Registrar los valores en el Slim.

- **Amonio/ amoniaco/ nitrógeno amoniacal**

- ✓ **Principio del método**

Este método usa un electrodo de ión selectivo, dispuesto para medir concentraciones del ion amonio y así como también para medir el ion amonio después de la conversión en amoníaco, la solución interna del electrodo entra en contacto con una base fuerte cloruro de amonio que se le pone a la muestra elevando el pH a más de 11 detectado por un electrodo de pH, difundiendo el gas a través de una membrana hidrófoba permeable a los gases, ubicada en la parte inferior del electrodo. Mediante el electrodo se detecta el nivel de cloruro que se encuentra en la solución interna.

- ✓ **Posibles interferencias**

El color y la turbidez no afectan, pero las cantidades altas de iones disueltos en las muestras interfieren en la medición.

Hay muestras que tienen aminas y esto es una interferencia positiva ya que ayuda a la acidificación.

Al momento de poner el cloruro de amonio a la muestra esta también contiene solución de EDTA/ NaOH, lo cual ayuda a que el mercurio y la plata no forme complejos ya que esto sería otra interferencia relevante.

- ✓ **Procedimiento**

Verificar la preservación de la muestra debe estar preservada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado a pH < 2, verificar que su almacenamiento sea ≤ 6°C

- Preparación de reactivos y patrones**

Preparar los reactivos tal como indica el método y preparar la curva de calibración de acuerdo al rango de las muestras.

- Acondicionamiento del electrodo**

Verificar el estado de la membrana si es necesario cambiar por una nueva.

### **Calibración del potenciómetro**

Se coloca 100 mL de todos los puntos de curva, se introduce el electrodo al punto de curva más bajo y se agita, manteniéndolo a una temperatura y velocidad constante.

Agregar NaOH 10M /EDTA para elevar el pH por encima de 11 (añadir aproximadamente 1mL)

### **Lectura de muestras**

Proceder de igual manera para las muestras, realizar una dilución si sobrepasa el rango de calibración.

### **Reporte de resultados**

Reportar los resultados en el SLIM

Considerar para el reporte de NH<sub>3</sub> el factor estequiométrico: 1.2143

Considerar para el reporte de NH<sub>4</sub> el factor estequiométrico: 1.2857

Los factores utilizados para el cálculo del Amonio y amoniaco corresponden a factores estequiométricos calculados de la siguiente manera:

Para amoníaco:

$$NH_3/N - NH_3 = \frac{17mg/mol}{14mg/mol} = 1.21428571428571 = 1.2143$$

Para amonio:

$$NH_4^+/N - NH_3 = \frac{18mg/mol}{14mg/mol} = 1.28571428571429 = 1.2857$$

### **c) Ensayos Fisicoquímicos/Gravimétricos**

- **Sólidos sedimentables**

#### **✓ Proceso de ensayo**

Tener los conos Imhoff limpios.

Antes de abrir el frasco, agitar gentilmente la muestra.

Trasvasar la muestra al cono imhoff verificando que se complete a la marca de 1L - Registrar la hora de inicio en el SLIM.

Dejar sedimentar durante 45 min. Transcurrido el tiempo se remueve los sólidos suavemente que quedan en la pared con una varilla de vidrio.

Registrar el tiempo en el SLIM.

Luego dejar en reposo por 15 minutos.

Transcurrido el tiempo registrar el volumen de Sólidos Sedimentables que se observa en la marcación del Cono como mililitros por litro (mL/L) o mililitro por litro por hora (mL/L.h) -Registrar la hora final en el SLIM.

✓ **Recomendaciones**

Una vez realizada la lectura de las muestras, se regresará la totalidad de la muestra al frasco original. Almacenándose por 2 días en caso de alguna observación.

La lectura en el cono debe ser de manera perpendicular entre la vista y el cono.

Se puede hacer uso de un timer u otro tipo de dispositivo para controlar el tiempo.

• **Sólidos totales**

✓ **Consideraciones para el ensayo**

Los vasos a utilizar para el ensayo deben estar limpios para luego calentarlos en la estufa por 1 hora a una temperatura entre 103°C-105°C. Luego se deben llevar los vasos al desecador hasta que se utilice.

Las aguas con una mineralización excesiva que incluye niveles considerables de calcio, magnesio, cloruros y/o sulfatos pueden mostrar propiedades higroscópicas, lo que implica que requieren un proceso de secado prolongado, alcanzar un nivel apropiado de desecación y un pesado rápido.

Debe seleccionarse un volumen que resulte en un rango de 2.5 a 200 mg de residuo seco.

- **Sólidos totales disueltos**

- ✓ **Consideraciones generales**

La muestra es filtrada usando un filtro de fibra de vidrio, luego el volumen del filtrado se evapora hasta la sequedad en un vaso pre-pesado y secado a  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  para lograr un peso constante. El incremento de peso comparado con el vaso pre-pesado vacío representa los sólidos totales disueltos.

- ✓ **Consideraciones para el ensayo**

Inspeccione visualmente cada filtro para detectar defectos antes del tratamiento de la preparación del filtro. Compruebe si hay agujeros, material suelto, decoloración, y falta de uniformidad. Si es así informar al jefe directo y descartar el filtro.

Las placas o vasos para utilizar para el ensayo deben estar limpios para luego calentarlos en la estufa por 1 hora a una temperatura de  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Luego se deben llevar las placas o vasos en el desecador hasta que se utilice, ya que así no se verán afectados por la humedad factor importante de ganancia o pérdida de peso.

Las aguas ricas en minerales con un contenido de calcio, magnesio, cloruros y/o sulfatos, pueden mostrar propiedades higroscópicas y exigir un secado prolongado, un grado de desecación adecuado y un pesado rápido.

En el caso de muestras con elevado bicarbonato requieren un grado de secado cuidadoso y si es necesario prolongarlo a  $180^{\circ}\text{C}$ , para garantizar la completa conversión de bicarbonato a carbonato.

La elección del volumen de muestra debe garantizar la obtención de un residuo seco que se encuentre en el rango de 2.5 a 200 mg. (Ver Tabla 1)

Si el proceso de filtrado demora más de 10 minutos, se recomienda reducir el tamaño de la muestra.

**Tabla 1**

*Volumen de muestra establecido con respecto a Rango de Conductividad.*

<b>Alicuota (mL)</b>	<b>Conductividad (us/cm)</b>
100	0 a 150
20	151 a 1800
10	1801 a 4000
5	4001 a más

Nota: Elaborado por Soci t  G n rale de Surveillance (SGS- Cajamarca)

- **S lidos totales suspendidos**

- ✓ **Consideraciones generales**

La muestra tiene que estar bien mezclada para ser pasada por un filtro de vidrio de 45  $\mu$ m, la torta se lleva a secar en una estufa a 103-105  $^{\circ}$ C por una hora; el exceso de peso del filtro representa los STS. En caso de que los materiales suspendidos causen obstrucci n al momento de la filtraci n, se tiene que reducir el volumen de al cuota o usar un filtro con un di metro mayor.

- ✓ **Procedimiento**

**Inspeccione visualmente cada filtro para detectar defectos antes de la preparaci n del filtro** (acondicionamiento de filtro blanco) y antes de realizar el pesaje inicial. Compruebe si hay agujeros, material suelto, decoloraci n, y falta de uniformidad, de ser as , informar al jefe directo y descartar el filtro.

Excluir grandes part culas flotantes o aglomerantes sumergidas en la muestra, si se determina que no corresponde a la naturaleza de la muestra.

Cuando se trata de muestras con un elevado contenido de s lidos disueltos, por ejemplo, Aguas Salinas (Agua de Mar, etc.), es crucial realizar un lavado exhaustivo al filtro para garantizar la eliminaci n de los s lidos disueltos.

Exactamente, medir la conductividad de la muestra antes de realizar el ensayo es una buena práctica para verificar si la muestra tiene un alto contenido de sólidos disueltos.

Para muestras de matriz Agua de Mar, lavar con 10 porciones de 10 ml. (200 ml)

Para muestras con conductividades mayores a 50 mS/cm, se requiere un lavado adicional,

Para evaluar si el lavado ha sido efectivo, revisar la apariencia física del filtro, antes del pesaje final no se debe observar presencia de cristales y para muestras con matriz diferente a las de Aguas Salinas, considerar un lavado de 6 porciones por 10 ml.

Si el tiempo de filtración es prolongado (tarda más de 10 min.) debido a la presencia de materias coloidales capturados en filtro, este suele obstruirse, existiendo la posibilidad de obtener resultados sesgados. Se recomienda tomar un menor volumen de muestra.

Es importante seleccionar un volumen de muestra que permita obtener un rango de 2.5 y 200 mg de residuo seco, con el fin de garantizar resultados más precisos y representativos en el ensayo.

#### **d) Ensayos Físicoquímicos/Ópticos**

- **Turbidez**

- ✓ **Consideraciones generales**

Colocar el equipo en una superficie plana, verificar que las baterías se encuentren instaladas o que el cable de alimentación a la fuente esté conectado.

La muestra no debe ser almacenada por largos periodos antes de su análisis, para evitar oscilaciones de temperatura, así como la floculación y sedimentación de las partículas. Si la floculación es evidente se puede disgregar por agitación.

Antes de la medición eliminar aire u otros gases arrastrados en la muestra.

Antes de cada lectura limpiar cuidadosamente el vial, verificando que la parte externa no haya ralladuras, pelusas, etc., y para sacar huellas de dedos o manchas de agua, se recomienda utilizar papel tissue o paño suave y silicona para su respectiva limpieza.

Para la calibración también se puede utilizar estándares con certificado de análisis de: 0.1, 20, NTU y 800 NTU.

✓ **Medición-muestras**

Se homogeniza la muestra y se toma una porción representativa, se coloca en el vial correctamente alineado, hasta la línea (aprox. 15 mL) procurando sujetarlo por la parte superior. Se tapa el vial.

Limpiar la celda para eliminar algún rastro de agua y posibles las huellas digitales.

Se coloca el vial de muestra al compartimiento, de modo que la marca de orientación del vial cubeta coincida con la flecha de orientación del compartimiento del turbidímetro. Por último, se cierra la tapa y se procede a leer.

Presionar I/O, presionar RANGE, en la pantalla se visualiza “AURO RNG” cuando el instrumento se encuentra en rango automático.

Presionar SIGNAL AVERAGE para pasar al modo de promedio, en la pantalla se visualiza “SIG AVG”.

Presionar READ, en la pantalla se visualiza NTU” y seguidamente la turbidez en NTU. Registrar la Turbidez hasta que la lámpara de la pantalla desaparezca.

En caso se obtenga lecturas mayores a 800 NTU, el turbidímetro mostrará una señal de alerta, con lo cual se tiene que proceder a realizar diluciones de manera que las concentraciones estén por debajo de 800 NTU.

Para realizar diluciones, emplear agua con turbidez <0.5 NTU, si dicha turbidez fuera superior, filtrar el agua.

Registrar los valores de turbidez directamente en el SLIM.

Una vez culminada la medición de turbidez, limpiar los viales lavando con jabón de laboratorio y enjuagar con abundante agua destilada o desionizada) y enjuagar varias veces con agua de dilución, finalmente, colocar las tapas para impedir la contaminación por pequeñas partículas. (a la mínima rajadura o raspadura se debe de cambiar el vial por uno nuevo).

**e) Instrumentales/cromatografía iónica**

- **Aniones (nitratos, sulfatos, ortofosfatos, nitritos, fluoruros, cloruros, n-nitratos, n-nitritos)**

✓ **Procedimiento para la extracción de muestras en aguas**

Especial cuidado en el ordenamiento de las muestras: estas se ordenan mientras el equipo se va acondicionando.

Las muestras se ordenan de acuerdo al CCLAS, para esto ingresar al icono job labbatch, luego seleccionar el esquema EW\_EPA300\_0 (para bromuro en agua salina, seleccionar EWS\_EPA300\_0\_BR y para clorito y clorato seleccionar el esquema EW\_EPA300\_0\_CLO), inmediatamente aparecen las muestras pendientes de análisis en orden de ingreso.

De haber una prioridad, lo cual se indica en la distribución de análisis del día e ingresan con etiqueta naranja, esta se carga en el cromatógrafo antes que las demás.

Una vez ordenadas las muestras se codifican los viales.

Se procede a leer la conductividad de cada muestra y se registra el resultado en el documento ANA-R-I&E-ENV.213 REGISTRO MENSUAL DE CONDUCTIVIDAD DE MUESTRAS.

Dependiendo de la conductividad de las muestras, se asigna las diluciones a realizar, (por ejemplo, si la muestra tiene conductividad entre 1400 us/cm o 2800 us/cm, su dilución es de 20x) la correlación entre la conductividad y las diluciones a realizar se detallan en la tabla 2.

**Tabla 2**  
*Correlación entre Conductividad y las Diluciones*

Conductividad	Dilución	Volumen muestra (mL)	Fiola (mL)
0 - 140	1	-	-
140 - 700	5	10	50
700 - 1400	10	5	50
1.4 - 2.8	20	2.5	50
2.8 - 3.5	25	2	50
3.5 - 7	50	1	50
7 - 14	100	1	100
14 - 28	200	0.5	100
28 - 70	500	0.2	100
70 - 285	2000	-	-

Nota: Elaborado por Soci t  G n rale de Surveillance (SGS- Cajamarca)

Todos los rangos de conductividad presentan una suma de aniones aproximada de 50 ppm.

Para diluciones 2000x realizar primero una diluci n de 100x y luego diluci n de 20x

Para el caso de Bromuro en agua salina, se deber  realizar una diluci n de 500x a todas las muestras.

Despu s de realizar las diluciones, si es que las hubiera, se procede a filtrarlas con filtro de 45  $\mu$ m en los viales y se tapan.

Como recomendaci n al momento de tapar los viales verificar que la septa de color azul de las tapas no sea doble. Esto ocasiona que la aguja del auto sampler se doble.

Los controles de calidad para el m todo de aniones son Blanco, Patrones bajos (LCS\_LOW) y altos (LCS\_HIGH), Spikes y control de curva (CCV), en la tabla 3 se muestra la frecuencia, los criterios de aceptaci n y la referencia.

**Tabla 3***Controles de calidad que se aplican para esta metodología.*

Controles de calidad	de	Cantidad	Frecuencia	Criterios de aceptación	Referencia
MB	Blanco de	1	Cada 20 muestras	< LD	EPA Method 300.0
LCS	LOW	1	Cada 20 muestras	% R = 90% -110%	EPA Method 300.0
LCS	HIGH	1	Cada 20 muestras	% R = 90% -110%	EPA Method 300.0
SPIKE		1	Cada 10 muestras	RPD ≤ 20%	AP-I-QA.1 Rev. 05
SPIKE-DUP		1	Cada 10 muestras	RPD ≤ 20%	AP-I-QA.1 Rev. 05
CCV		1	Cada Lab Batch (un punto de curva)	% R = 90 % -110%	EPA Method 300.0

Nota: Elaborado por Société Générale de Surveillance (SGS- Cajamarca)

Para los spikes en muestras de aguas, preparar concentraciones de soluciones intermedias, indicadas en la tabla 4.

**Tabla 4***Preparación de concentraciones de soluciones intermedias para spikes.*

Concentración	Cl <sup>-</sup> y SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (ppm)	Otros (ppm)
Sol. Intermedia	100	10
SPK low	5	0.1
SPK high	25	1

Nota: Elaborado por Société Générale de Surveillance (SGS- Cajamarca)

Seleccionar las muestras que tendrán spk (estas deben cubrir todos los analitos a reportar en la LB de trabajo).

Trabajar los spk de la misma manera que las muestras, pero antes de enrazar sus diluciones, adicionar los siguientes volúmenes de soluciones intermedias, así como se señala en la tabla 5.

**Tabla 5**

*Volúmenes de soluciones intermedias, antes de enrazar.*

Factor de Dilución	Vol. de la fiola (ml)	Mayoritarios (Cl <sup>-</sup> y SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	Minoritarios (Otros)
		(mL)	(mL)
1	50	2.500	0.500
5	50	2.500	1.000
10	50	1.250	0.500
20	100	1.250	0.500
25	100	1.000	0.400
50	100	0.500	0.200

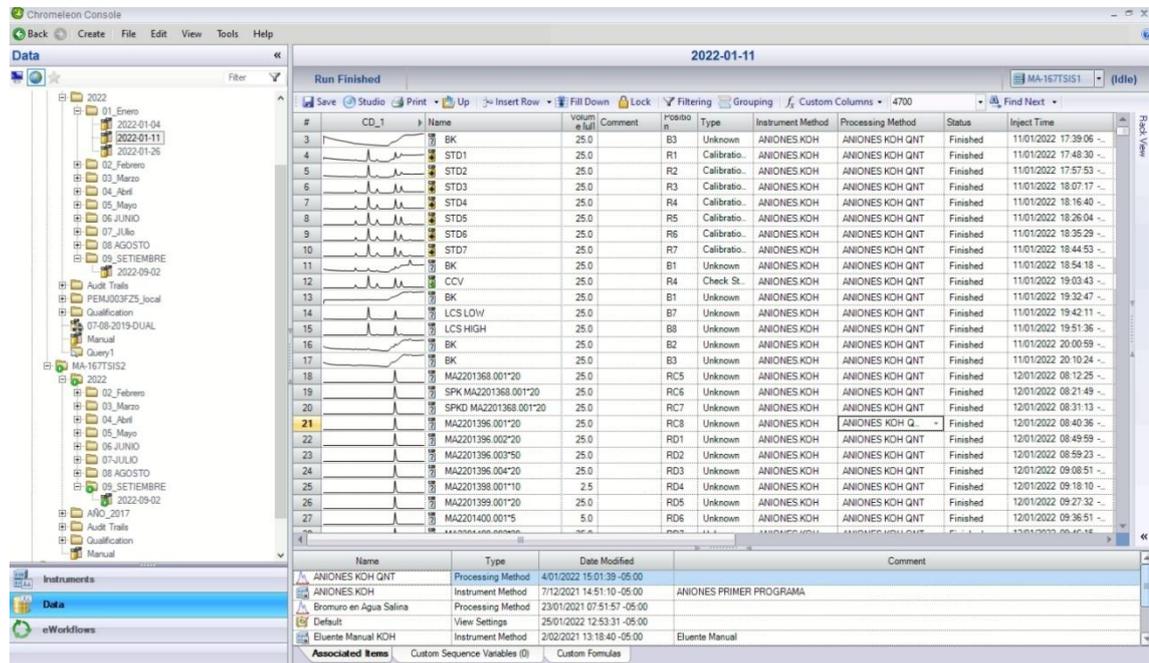
Nota: Elaborado por Soci t  G n rale de Surveillance (SGS- Cajamarca)

Para el spk directo (diluci n 1) se enraza con muestra y para los spk de los dem s aniones adicionar en fiolas de 50 mL

Una vez acondicionado el equipo, se copia el orden de muestras, as  como se muestra en la Figura 1 y sus diluciones registradas en el ANA-R-I&E-ENV.213 REGISTRO MENSUAL DE CONDUCTIVIDAD DE MUESTRAS a la secuencia del software Chromeleon para su lectura. Y como recomendaci n tener m ximo cuidado al colocar el vial en la posici n que se indica tanto en el software como en fisico.

**Figura 1**

*Secuencia del software Chromeleon para la lectura de corrida de aniones.*



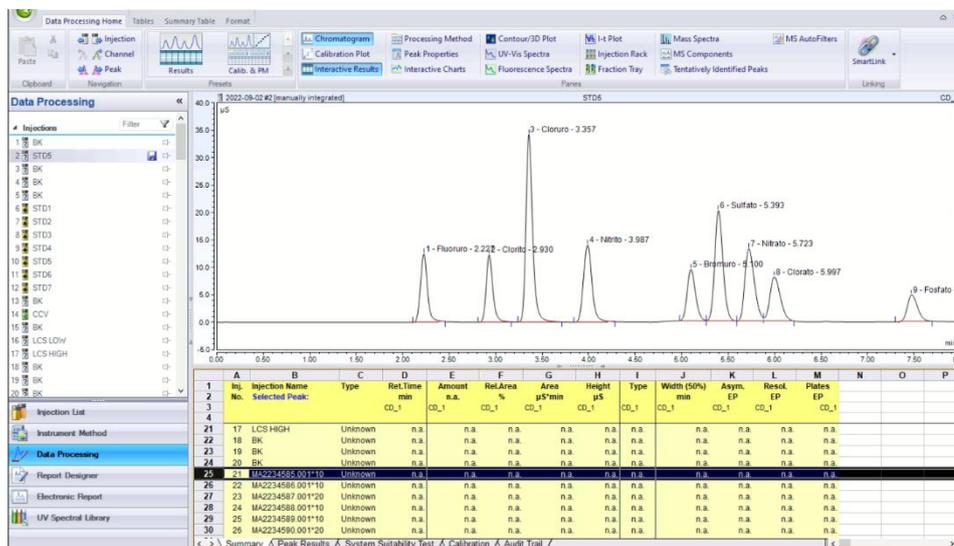
Nota: Recuperado del Software del equipo de cromatografía de SGS- Cajamarca.

Verificar los viales en el auto sampler.

Luego que las muestras han sido analizadas, se empieza a integrar los picos resultantes y se evalúan los resultados para su reporte, así como se enseña en la Figura 2.

**Figura 2**

*Picos resultantes del software Chromeleon*



Nota: Recuperado del Software del equipo de cromatografía de SGS- Cajamarca.

En el caso de no detectar algún pico en el tiempo de retención establecido, comprobar que corresponde al analito aplicando la adición del patrón de trabajo y proceder con su lectura y confirmar su recuperación.

✓ **Expresión de resultados:**

Después de la integración de los picos de los analitos, los resultados que emite el software son en mg/L. En el caso de Nitrito y Nitrato el software calcula como N-nitrito y N-nitrato. Para fosfato, el software calculo como P-fosfato.

Para determinar nitrito, nitrato y la suma de n-nitratos y n-nitritos se multiplican por un factor:

$$\text{Nitrito (como N)} = N - \text{nitrito} \times 3.284$$

$$\text{Nitrato (como N)} = N - \text{nitrato} \times 4.4266$$

$$\text{Nitratos (n - nitratos) + Nitritos (n - nitritos)} = N - \text{nitrito} + N - \text{nitrato}$$

Para determinar Fosfato y O-fosfato se multiplica por un factor:

$$\text{Fosfato} = P - \text{fosfato} \times 3.0662$$

$$\text{O - Fosfato} = P - \text{fosfato} \times 3.0662$$

**f) Instrumentales/ Espectrofotometría molecular (UV-VIS)**

- **Color verdadero**

✓ **Consideraciones generales**

Las muestras con alto color se pueden diluir, para ajustar la absorbancia y mantenerla dentro de los puntos de curva.

### ✓ **Interferencia**

La presencia de partículas coloidales y suspendidas se eliminan a través de la filtración con filtros de 0.45  $\mu\text{m}$ , ellos tienen la capacidad de absorber o dispersar la luz en la longitud de onda empleado en el método espectrofotométrico.

La absorbancia de la luz por la materia orgánica está vinculada al pH; no obstante, las variaciones en la absorbancia son mínimas dentro del rango de pH típico en la mayoría de aguas. Dado que las mediciones de color se realizan por razones estéticas, se recomienda no ajustar el pH de la muestra mientras esté entre 4 y 10. En caso de ajustar el pH, se ajusta a 7 y se registra.

### ✓ **Instrucciones y procedimiento**

La muestra debe llegar en un frasco de plástico pavonado, una cantidad no menor a 250ml. Sin preservar.

Se tendrá en cuenta realizar el análisis dentro de las 24 horas de la colección de la muestra.

La muestra de pH tiene que estar de 4 a 10, caso contrario ajustar hasta 7 con NaOH 1 N o HCl 1 N.

Las muestras serán filtradas a un vaso de plástico con filtros de jeringa de 0.45  $\mu\text{m}$  de membrana celulosa.

Las muestras se leen en una absorbancia de 456 nm en el espectrofotómetro UV-visible con celda de 5cm.

- **Cromo hexavalente total (VI)**

### ✓ **Principio**

La determinación colorimétrica consta en la reacción del difenil carbazida con el cromo hexavalente en medio ácido, formando un sólido de especie compleja de color rojo-violeta. Se lee a una longitud de onda de nm en una celda de 5 cm.

✓ **Colección de las muestras, preservación y almacenamiento.**

Los frascos usados para almacenar las muestras son de vidrio o plástico y se preservan de acuerdo al análisis de cromo requerido:

**Cromo hexavalente total:** La muestra tiene que estar entre un pH 9,3 - 9,7 se puede llevar a este pH con solución buffer. Se adiciona 600  $\mu$ L de NaOH 5N por 100 mL de muestra; algunas muestras pueden requerir más NaOH (5 N o 1 N), el volumen es según sea necesario dentro de las primeras 24 h para llevar el pH de la muestra dentro del rango y/o conservar con tampón de sulfato de amonio para extender el tiempo de vida (28 días). Nunca diluir la muestra más del 10% del volumen.

✓ **Procedimiento**

Antes de análisis tener las muestras a temperatura ambiente, verificar pH de las muestras (rango de pH 9.3 – 9.7), al no llegar la muestra con el pH indicado ajustar el pH con Buffer Sulfato de Amonio e Hidróxido de Sodio 5N. Tomar 100 mL de muestra y ajustar el pH de a 2 ( $\pm 0.5$ ) con  $H_3PO_4$  concentrado o  $H_2SO_4$  0.2 N (Usar aproximadamente de 2 a 3 gotas de Ácido fosfórico). Agregue 2 ml de solución de Difenil carbazida, mezclar y dejar reposar de 5 a 10 minutos para que se desarrolle todo el color. Leer a  $\lambda=540\text{nm}$  con celda de cuarzo de 5 cm. Cuando la muestra presenta turbidez o coloración, se aconseja realizar una lectura antes a la adición de reactivo de color, y luego restar a la lectura final (con reactivo de color).

• **Cromo hexavalente disuelto (VI)**

✓ **Principio**

Es el mismo principio del cromo hexavalente total.

✓ **Colección de las muestras, preservación**

**Cromo hexavalente disuelto:** filtrar la muestra inmediatamente con filtro de membrana 0.45  $\mu\text{m}$ , en la toma de la muestra; se continua el proceso de preservación igual que el cromo hexavalente total.

### ✓ **Procedimiento**

Después de ser filtrada la muestra seguir el mismo procedimiento del cromo hexavalente total.

- **Nitratos**

### ✓ **Principio**

Esta técnica debe emplearse exclusivamente para la selección de muestras con bajos niveles de materia orgánica, específicamente aguas naturales no contaminadas y suministros de agua potable. La curva de calibración de  $\text{NO}_3^-$  demuestra la validez de la Ley de Beer hasta los 11 mg N/L.

En la absorción UV a 220 nm facilita la determinación rápida de  $\text{NO}_3^-$ . La materia orgánica no es medida a 275 nm, pero si a 220 nm por eso se hace la segunda medición a esa longitud para corregir el valor de  $\text{NO}_3^-$ . Esta corrección depende mucho de la naturaleza de las aguas. Por lo tanto, se desaconseja usar este método cuando se requiere una corrección notable de la materia orgánica, pero si es útil para aguas de tipo de materia orgánica constante.

### ✓ **Interferencias y su tratamiento**

La turbidez visual puede interferir. Filtrar las muestras turbias antes del análisis.

Las interferencias potenciales incluyen varios iones inorgánicos como el clorito y el clorato, materia orgánica disuelta, nitritos, detergentes y cromo hexavalente [Cr (VI)].

La adición de ácido clorhídrico (HCl) 1 N tiene el propósito de prevenir interferencias causadas por concentraciones de hidróxido o carbonato de hasta 1 mg de  $\text{CaCO}_3/\text{L}$ . Es importante destacar que la presencia de cloruro no tiene impacto en la determinación.

Para contrarrestar la influencia de sustancias inorgánicas, se puede realizar un análisis independiente de sus concentraciones y preparar curvas de corrección individuales. Este enfoque permite compensar de manera específica las interferencias provenientes de diferentes

sustancias inorgánicas, contribuyendo así a obtener resultados más precisos en la determinación analítica.

#### ✓ **Procedimiento**

**Tratamiento de la muestra:** vertir la muestra en una fiola de 50 ml, filtrada si es necesario filtrada, agregar 1 mL de solución de HCl y homogenizar.

**Preparación de la curva patrón:** se preparan estándares de  $\text{NO}_3^-$  de 0 a 7 mg -  $\text{NO}_3^-$  N/L por dilución a 50 ml de los siguientes volúmenes de solución intermedia de nitrato: 0, 1, 2, 4, 7, ... ,35 mL. Los patrones son tratados igual que las muestras.

**Medida espectrofotométrica:** Leerlas frente a agua re-destilada, con ajuste a cero de absorbancia. Utilizar la longitud de onda 220 nm para obtener la lectura  $\text{NO}_3^-$  y 275 nm para determinar la interferencia debida a materia orgánica disuelta.

#### • **Nitritos**

#### ✓ **Principio**

La determinación del nitrito ( $\text{NO}_2^-$ ) se da a un pH de 2 a 2.5 por el acoplamiento del sulfanilamida diazotizada con N-(1-naftil)-diclorhidrato de etilendiamina (diclorhidrato de NED), generando un color azoico púrpura rojiza.

El rango aplicable del método es de 10 a 1000  $\mu\text{g}$  de  $\text{NO}_2^-$  N/L. sin embargo, las mediciones fotométricas pueden llevarse a cabo en un rango más bajo de 5 a 50  $\mu\text{g}$  N/L, utilizando una trayectoria de luz de 5 cm y el filtro color verde. Para longitudes de onda de 543 nm y con trayectoria de luz de 1 cm, el sistema de color sigue la ley de Beer hasta concentraciones de 180  $\mu\text{g}$  N/L. Para concentraciones más altas de la curva se hacen diluciones.

#### ✓ **Interferencias**

Es improbable que coexistan químicamente  $\text{NO}_2^-$ , cloro libre, y tricloruro de nitrógeno ( $\text{NCl}_3$ ). La presencia del  $\text{NCl}_3$  genera un color rojo falso cuando se añade el reactivo que da color. Además, se deben de evitar los iones como  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Au}^{3+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ ,

cloroplatinato ( $\text{PtCl}_6^{2-}$ ) y metavanadato ( $\text{VO}_3^{2-}$ ) porque debido a su precipitación interfieren en la prueba. La presencia de iones cúpricos puede dar lugar a resultados bajos al catalizar la descomposición de la sal de diazonio. También, se deben evitar iones coloreados que puedan alterar el sistema de color. Se recomienda eliminar sólidos suspendidos mediante filtración.

✓ **Procedimiento**

Eliminación de sólidos suspendidos si tuviese, filtrando con un filtro de 0.45  $\mu\text{m}$ .

**Desarrollo del color:**

La muestra tiene que estar en un pH de 5 a 9, sino ajústese con 1N HCl o  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

Agregar 2 ml de reactivo de color a 50 ml de muestra y mezclar.

**Medición espectrofotométrica:**

Mida la absorbancia a 543 nm después de dejar reposar la muestra entre 10 min y 2 horas. Utilice las longitudes de luz como se muestra en la Tabla 6, para las concentraciones de  $\text{NO}_2^-$ -N indicadas:

**Tabla 6**

*Longitudes de luz para las concentraciones de  $\text{NO}_2^-$ -N indicadas*

Longitud de onda de luz Cm	$\text{NO}_2^-$ -N $\mu\text{g/L}$
1	2-25
5	2-6
10	<2

Nota: Elaborado por Société Générale de Surveillance (SGS- Cajamarca)

- **Demanda química de oxígeno**

- ✓ **Principio del método**

El DQO se emplea como una medida del equivalente de oxígeno del contenido de materia orgánica de una muestra, la cual es susceptible de oxidación por un oxidante químico fuerte. El método preferido es el de reflujo de dicromato debido a su mayor capacidad oxidante.

Durante la digestión de la muestra, el ión dicromato oxida al material de DQO. aquí se da el cambio de cromo de estado hexavalente (VI) al estado trivalente (III). Ambas formas del cromo tienen color y absorben luz en la región visible del espectro. El ion dicromato ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) absorbe fuertemente en la región de 400 nm, donde la absorción de iones de cromo ( $\text{Cr}^{3+}$ ) es mucho menor. Por otro lado, el ión crómico absorbe intensamente a 600 nm, donde el dicromato tiene casi cero de absorción.

En DQO de 100 y 900 mg/L, el incremento en  $\text{Cr}^{3+}$  en la región de 600nm, si los valores son más altos diluirlas. Para valores de DQO de 90 mg/L a menos se determina en  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  a 420nm, pero esto se compensa en el procedimiento de calibración para garantizar resultados precisos.

- ✓ **Procedimiento**

Tomar 2.5 ml de muestra en agitación constante, adicionar 1.5ml la solución de digestión rango bajo o alto de acuerdo a las características de la muestra, adicionar 3.5 ml de Ácido sulfúrico, tapar y agitar suavemente la mezcla girando el tubo.

Limpiar cada tubo con cuidado para evitar derrames que dañen el termo reactor. Colocar en el termo reactor de DQ por 1 horas a 150°C enfriar la muestra y leer a 420nm o 600nm de acuerdo al rango de digestión (bajo o alto).

- **Detergentes**

- ✓ **Principio del método**

Las sustancias activas al azul de metileno (SAAM) que son colorantes catiónicos, facilitan la transferencia del azul de metileno desde una solución acuosa a un líquido inmisible en equilibrio. Este proceso ocurre entre el anión (SAAM) y el catión azul de metileno. El color resultante es una medida de las sustancias activas al azul de metileno. El método es simple y preciso, incluye tres extracciones consecutivas desde un medio acuoso ácido con exceso de azul de metileno a una fase orgánica de cloroformo, la lectura del resultante de color azul se da a 652 nm.

Este método se aplicable para la determinación de tensoactivos aniónicos en matrices de aguas superficiales y en aguas residuales, pero debe tenerse en cuenta la posible presencia de otro tipo de sustancias activas al azul de metileno. Con este método es factible la determinar concentraciones de SAAM A partir de 0.50 mg/L bajo las condiciones de trabajo del laboratorio.

- ✓ **Interferencias**

Las interferencias positivas como los sulfonatos orgánicos, sulfatos, carboxilatos, fenoles, los tiocianatos inorgánicos, cianatos, nitratos y cloruros pueden en mayor o menor grado transferir el azul de metileno a la fase clorofórmica. Las interferencias negativas tanto tensoactivos catiónicos como aminas, así como el material particulado, pueden afectar la calidad de los resultados al interferir en la formación de los pares iónicos durante el proceso de medición.

## ✓ Procedimiento

Al embudo de separación añadir muestra., luego alcalinizar añadiendo gotas de NaOH 1N, utilizando indicador de fenolftaleína, se forma un color rosa, esto se elimina al añadir gotas de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N.

Luego añadir 10 ml de CHCl<sub>3</sub> y 25 ml de azul de metileno. Agítese el embudo durante 30 segundos hasta obtener 2 fases. Para romper las mezclas perennes se agrega un volumen de alcohol isopropílico (menos de 10 ml); el mismo volumen de alcohol isopropílico se añade a todos los patrones. Algunas muestras requieren más tiempo para separarse. Antes de drenar la fase de cloroformo se mueve suavemente y se deja reposar.

La fase de CHCl<sub>3</sub> se separa en un segundo embudo de separación. Se enjuaga el tubo producido por el primer embudo de separación con una pequeña cantidad de CHCl<sub>3</sub>. Se repite el proceso de extracción dos veces más, utilizando 10 ml de CHCl<sub>3</sub> en cada ocasión. Si el color azul de la fase acuosa se debilita o desaparece, se descarta y se repite la extracción, utilizando una muestra más pequeña.

Todos los extractos de CHCl<sub>3</sub> se combinan en el segundo embudo de separación. Se añade 50 ml de solución de lavado y se agita vigorosamente durante 30 segundos. No deberían formarse emulsiones en esta etapa. Se deja reposar, se mueve y se extrae la capa de CHCl<sub>3</sub> a través del embudo que contenga un tapón de lana de vidrio en un matraz volumétrico de 100 ml; el filtrado debe ser claro.

Se realiza la extracción de la solución de lavado dos veces utilizando 10 ml de CHCl<sub>3</sub> en cada ocasión y añádase al matraz a través de la lana de vidrio. Los lavados recogidos en el matraz volumétrico se diluyen hasta alcanzar la marca con CHCl<sub>3</sub>, y se mezcla adecuadamente.

Posteriormente se determina la absorbancia a una longitud de onda de 652 nm con una celda de 1 cm, frente a un blanco de cloroformo.

- **Sulfatos**

- ✓ **Principio**

Se mide la absorbancia de  $\text{BaSO}_4$  con un fotómetro y se determina la concentración de  $\text{SO}_4^{2-}$  por comparación de la lectura con una curva patrón. El ión sulfato implica la precipitación en un medio de ácido acético mediante la adición de cloruro de bario ( $\text{BaCl}_2$ ). Esta mezcla resulta en la formación de cristales de sulfato de bario ( $\text{BaSO}_4$ ).

- ✓ **Interferencias y su tratamiento**

La materia suspendida en cantidad relevante y el color interfieren, lo primero puede ser eliminada mediante filtración, pero si son pequeñas en comparación con los  $\text{SO}_4^{2-}$ , corregir el color y turbidez realizando blancos a los que no se ha añadido  $\text{BaCl}_2$ .

El exceso de sílice superior a 500 mL/L y en las aguas con gran cantidad de materia orgánica puede no ser posible precipitar  $\text{BaSO}_4$  satisfactoriamente.

En el caso de las aguas potables no hay presencia de iones adicionales, aparte de  $\text{SO}_4^{2-}$  formadores de compuestos insolubles con el bario, en condiciones fuertemente ácidas.

- ✓ **Procedimiento**

**Lectura de conductividad:** Leer la conductividad de las muestras y registrar en el SLIM, con el fin de evaluar la interrelación de CE versus Sulfatos y definir la dilución de las muestras.

Tener en cuenta que para muestras que presenten conductividades de:

<10 dS/cm trabajar una dilución de 2x.

>10 dS/cm trabajar una dilución de 4x.

**Lectura de turbidez (NTU):** A continuación, se presenta la tabla 7 donde se relaciona la turbidez (NTU) Versus la concentración de los estándares de calibración, con el fin de apoyo para muestras que presenten turbidez mayor al último estándar de calibración y proceder a

realizar dilución, según el criterio de conductividad. El valor de turbidez (NTU) de las muestras registrar en el SLIM.

**Tabla 7**

*Concentración de  $SO_4^{2-}$  versus Turbidez (NTU).*

<b>Concentración</b> (mg $SO_4^{2-}$ /L)	<b>Final</b>	<b>Turbidez</b> (NTU)
0		0.20
5		12.5
10		55
15		72
20		102
25		135
30		170
35		203
40		240

Nota: Elaborado por Soci t  G n rale de Surveillance (SGS- Cajamarca)

Para laboratorio de Cajamarca y Callao, se aplica lo siguiente:

#### **Preparaci n de la curva de calibraci n y controles**

Se determinar   $SO_4^{2-}$  en la muestra mediante la comparaci n de la lectura de turbidez y una curva de calibraci n previamente preparada. Esta curva se obtuvo al someter los patrones de  $SO_4^{2-}$  al m todo completo. Los patrones se diluyeron a incrementos de 5 mg/l dentro del rango de 0 a 40 mg  $SO_4^{2-}$  /L. La precisi n puede disminuir y las suspensiones de  $BaSO_4$  pueden perder estabilidad por encima de 40 mg/L. Se har  la medici n de un patr n en paralelo con cada tres o cuatro muestras analizadas, para verificar la habilidad de la curva de calibrado.

Los controles son blancos (BK o BM), patr n (LCS), adici n (SPK) y duplicado de adici n (SPK-D)

Después de preparar los estándares de calibración y controles en un volumen de aforo de 100 mL. Agregar 20 mL de la solución buffer B y aforar.

Autozero: se autozera con el blanco que es agua destilada.

**Lectura de color:** Una vez leídas la turbidez de las muestras, este valor nos facilitará a tomar la decisión sobre la dilución a aplicar a las muestras, en el caso aplicara, proceder a leer la absorbancia a una  $\lambda$  de 420 nm, en una celda de 5 cm a las muestras previo a la formación de turbidez y registrar en el esquema de reporte en el SLIM. El valor obtenido se aplicará para la corrección del color (Absorbancia) a los blancos que no se ha añadido BaCl<sub>2</sub>. En el caso, aplique dilución la muestra, diluir y proceder a leer el color (Absorbancia).

**Formación de turbidez con sulfato de bario:** Tomar una porción de 100 mL de muestra, o según la dilución que aplique en un volumen de aforo de 100 mL. Luego añadir 20 mL de solución tampón A y agítase en un agitador magnético, añádase una cucharada de cristales de BaCl<sub>2</sub> mientras se está agitando, en un tiempo de  $60 \pm 2$  segundos a velocidad.

En el caso aplique la muestra dilución, proceder de la siguiente manera, en un volumen de aforo de 100 mL, tomar la alícuota de la dilución definida de la muestra, adicionar 20 mL de la solución tampón A o B, según el nivel de concentración de sulfatos.

**Medida de la turbidez del sulfato de bario:** Al terminar el período de agitación, se mide tanto absorbancia como turbidez a los  $5 \pm 0,5$  minutos y por último colocar datos en el SLIM.

### **Funciones Complementarias:**

- ❖ Participar y/o promover la implementación de mejoras continuas en los procesos del laboratorio.
- ❖ Colaborar en el avance y perfeccionamiento de técnicas o métodos de análisis, especialmente en situaciones que involucren nuevas determinaciones.
- ❖ Cumplir con distintas políticas establecidas por el laboratorio.
- ❖ Cumplir con el RIT, Código de Integridad y Conducta Profesional de SGS.
- ❖ Seguir y aplicar rigurosamente las normativas establecidas en materia de Seguridad, Salud Ocupacional y Medio Ambiente. Esto implica identificar y comunicar posibles riesgos para la seguridad y salud, participar activamente en actividades y capacitaciones, con el propósito de contribuir de manera proactiva con colegas y líderes. El objetivo final es asegurar que todas las actividades se lleven a cabo de manera segura y saludable.
- ❖ Realizar otras tareas encomendadas por el jefe inmediato.

## **1.2. Definición de términos.**

### **Método estándar**

Se trata de una publicación del AWWA/ALPHA/WEF la cual establece pautas y sugerencias para llevar a cabo el análisis de agua y aguas residuales. Estas metodologías se encuentran normalizadas y gozan de reconocimiento como estándares a nivel global (TECNAL, 2023).

### **ISO/IEC 17025:2017**

La norma constituye criterios generales que deben cumplir los laboratorios en cuanto a competencia, imparcialidad y funcionamiento consistente. Su alcance se extiende a todas las entidades que realizan labores de laboratorio, tanto los clientes del laboratorio, las entidades reguladoras, las organizaciones, los organismos de acreditación y otras partes interesadas se valen de este para evaluar y certificar la competencia de los laboratorios. (INACAL, 2018)

### **INACAL**

Entidad especializada de carácter público, que opera bajo la dependencia del Ministerio de la Producción. Posee personalidad jurídica de derecho públicos y opera con autonomía en términos administrativos, funcionales, técnicos, económicos y financieros. (INACAL, 2023a).

### **Testificación**

Esta pretende que la norma de laboratorios muestre conformidad en diferentes aspectos como ser responsables e imparciales, competentes y confidenciales (LOT INTERNACIONAL, 2019).

En conclusión, el auditor y/o un experto técnico, presencian las calibraciones o ensayos en vivo, y determinan si se están aplicando correctamente los procedimientos. Desde la preparación de la muestra, patrones, MRC, el acondicionamiento del laboratorio, la toma de datos, los cálculos, es decir absolutamente todo. (Sejzer, 2023)

## **Laboratorio**

Lugar donde se lleva a cabo diferentes ensayos, calibraciones y muestreos, relacionado con pruebas o ajustes posteriores(NTP\_ISO\_IEC\_17025\_2017.pdf, 2018)

## **Analista de laboratorio**

Es la persona encargada de la organización y la aplicación de todo tipo de técnicas y métodos de análisis de productos y materias. Su enfoque principal recae sobre el control de calidad, aplicando buenas prácticas de laboratorio, de seguridad personal y medioambiente. Su campo de trabajo es muy amplio ya que está destinado a trabajar en distintas empresas donde se requerirá realizar cualquier tipo de análisis tanto químicos como instrumentales u otros para distintos fines a favor de la empresa (UMIVALE ACTIVA, 2023, p. 2).

## **Acreditación**

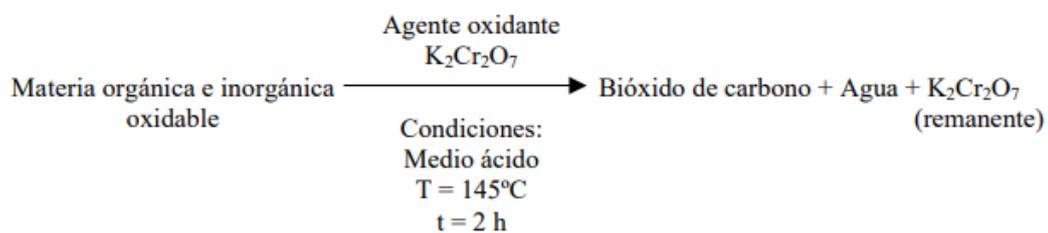
En el Perú el ente encargado de otorgar la acreditación es INACAL. Otorgando la capacidad de laboratorios u organismos para llevar a cabo los ensayos, los análisis, inspecciones y certificaciones con el objeto que estos organismos cumplan con los estándares y las normas técnicas requeridas. Para que un organismo pueda ser acreditado tiene que cumplir con una serie de criterios que están establecidos en los documentos de la Dirección de Acreditación (INACAL, 2023).

## **SGS del Perú SAC-Cajamarca**

Esta empresa lleva más de 25 años en Cajamarca dedicándose a los servicios de monitores y muestreos de agua, suelo, ruido y calidad de aire de diversas empresas como minera Ares, Buenaventura, Yanacocha, entre otros. Además, se cuenta con laboratorios acreditados donde se trabaja análisis de estos parámetros principalmente para el sector minero de la mano con diversos profesionales como lo son ingenieros químicos, medioambientales, biólogos, microbiólogos, etc.(Huarcaya, 2021)

## **Demanda química de oxígeno (DQO)**

Este parámetro que mide toda la materia orgánica e inorgánica que están disueltas o en suspensión, susceptible a ser oxidada, por medio de un agente químico, como el dicromato de potasio, usando ácidos concentrados y una temperatura adecuada, hasta convertirla en CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O. La cantidad de oxidante consumida se expresa en términos de su equivalencia en oxígeno (Ramirez et al., 2008).



## **Muestra de agua para análisis**

Una muestra de agua se refiere a una pequeña cantidad de ésta recolectada de un entorno específico, como algún río, lago, una instalación industrial o una edificación residencial, en una ocasión y lugar determinados. Su recolección se da con el propósito de evaluar las propiedades o la calidad del agua, para posteriormente someterla a diversos análisis en un laboratorio. (ALCORA, 2021)

## **Matriz de aguas**

Para ensayos de laboratorio la clasificación de la matriz de aguas es:

- a) Fuentes de agua Natural: incluyen el agua subterránea como la de manantial y fuentes termales, así como las aguas superficiales (ríos, lagunas/lago, agua de lluvia)
- b) Aguas residuales: aguas residuales domésticas, industriales y municipales.
- c) Agua destinada al uso y consumo humano: comprende el agua potable, el agua para llenado de piscinas y la empleada en lagunas artificiales.

d) Las salinas: incluyen diferentes tipos de aguas con una alta concentración de sales, como el agua de mar, salobres, salmuera y las utilizadas en procesos de inyección y reinyección.

e) De proceso: se trata del agua utilizada en diversas operaciones y procesos como el enfriamiento, la alimentación para calderas, agua de las propias calderas, de lixiviados, purificada y agua de inyección y reinyección. (ALS & CORPLAB, 2016)

### **Matriz de aguas salinas**

Las aguas de salmuera marina muestran altas concentraciones de iones  $\text{SO}_4^{2-}$  y  $\text{Cl}^-$ , que son bases “más blandas” que los iones  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{OH}^-$  y  $\text{PO}_4^{3-}$ . Por lo tanto, los iones  $\text{SO}_4^{2-}$  y  $\text{Cl}^-$  competirán entre sí por la coordinación con los ácidos de Lewis “blandos”  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  y  $\text{Pb}^{2+}$ . Dado que los iones  $\text{Cl}^-$  son mucho más “suaves” que los iones  $\text{SO}_4^{2-}$ , se debe esperar que dominen principalmente los complejos de cloruro de  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  y  $\text{Zn}^{2+}$ . Este pronóstico también está apoyado por los resultados de Millero y Hawke, quienes calcularon las especies  $\text{Zn}^{2+}$  y  $\text{CdCl}_{n-2}$  ( $n = 1-3$ ) como las especies dominantes en las aguas marinas utilizando el enfoque de interacción iónica de Pitzer. (Tepavitcharova et al., 2014)

### **Termo-reactor**

Se emplea con el propósito de inducir reacciones de oxidación de manera veloz. Las pautas para este dispositivo se encuentran detalladas en el Estándar Método 5520 C., el cual establece requisitos específicos en cuanto a calor y contenedor. Sabiendo que es crucial que la reacción ocurra a  $150^\circ\text{C}$  (con un margen de  $\pm 2^\circ\text{C}$ ) por 2 horas, es fundamental garantizar un correcto precalentamiento. La presencia de una señal luminosa en el equipo de DQO señala que la temperatura alcanzó el nivel requerido. Este también incorpora un temporizador que informa al analista que la reacción fue completada. (HANNA instruments, 2004).

## **Espectrofotómetro**

Este instrumento es empleado para medir la cantidad de luz que una muestra permite pasar o absorber, dependiendo de la longitud de onda de la radiación electromagnética. comúnmente, se compone de cuatro componentes esenciales, que incluyen una fuente de luz, un dispositivo llamado monocromador, un elemento que divide el haz de luz, una región destinada a la muestra y un detector. Además, cuenta con elementos ópticos, como espejos o lentes, que guían la luz a través de todo el equipo (Instituto Nacional de Metrología de Colombia et al., 2021, p. 8).

## **Interferentes**

Son perturbaciones que afectan una o varias etapas del proceso analítico, repercutiendo en los resultados, debido a la presencia de errores sistemáticos, un ejemplo de esto es la interferencia de cloruros en la medición de DQO. (Leon, 2009, p. 7).

La interferencia por cloruros no puede ser completamente eliminada, pero sí reducida con la inserción de  $\text{HgSO}_4$ . Esto genera un complejo soluble de cloruro de mercurio ( $\text{HgCl}_2$ ). Cuando la concentración de cloruro supera los 1 000 miligramos por litro, se requiere aplicar otro método. (Medina Portillo, 2016, pp. 15-16)

En el contexto de los compuestos alifáticos volátiles de cadena lineal su oxidación limitada, debido a que se encuentran es estado de vapor y no tienen contacto directo con el reactivo líquido. Sin embargo, su eficacia de oxidación mejora cuando se añade  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  como catalizador, ya que reacciona con iones cloruros, bromuros y yoduros, formando precipitados que experimentan una oxidación parcial.

Por otro lado, el nitrito ( $\text{NO}_2^-$ ) tiene una DQO de 1,1 mg de oxígeno por miligramo de  $\text{NO}_2^- \text{N}$ , y dado que las concentraciones de  $\text{NO}_2^-$  en el agua rara vez superan de 1 o 2 mg  $\text{NO}_2^- \text{N/L}$ , esta interferencia generalmente es mínimas, por eso se suele pasar por alto. Para evitar una interferencia significativa, se recomienda añadir 10 mg de ácido sulfámico por cada

miligramo de  $\text{NO}_2^-$ -N presente en el volumen de muestra usada y agregar la misma cantidad de ácido sulfámico al blanco de agua destilada.

En cuanto a los iones ferrosos, sulfurosos, manganosos, etc., estas se oxidan completamente bajo las condiciones del método; si la concentración fuera alta, se pueden realizar las correcciones al valor de la DQO obtenida, mediante cálculos estequiométricos si se conoce su concentración inicial. (IDEAM, 2020, p. 4).

### **HgSO<sub>4</sub>**

La presencia de haluros se puede contrarrestar con la formación de complejos al agregar sulfato de mercurio. La exposición breve puede ocasionar corrosión en la piel, ojos y el sistema respiratorio, además si se ingiere, la exposición a largo plazo puede tener repercusiones en los riñones y en el sistema nervioso central y periférico. (Quispe, 2019, p. 110)

### **Cromatografía iónica**

Se fundamenta en la variación de las preferencias de los iones por la parte líquida en movimiento y la fase sólida estacionaria en el sistema de cromatografía. Una parte de la muestra se introduce en un torrente de solución de bicarbonato-carbonato, la cual circula a través de una combinación de pre-columna y columna de intercambio iónico. Los aniones de importancia se desligan de según sus afinidades relativas y atraviesan una membrana de supresión en la que una solución regeneradora de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  diluido circula constantemente. En este punto, los aniones previamente separados se transforman en sus formas altamente conductoras de ácido, en tanto que la solución de carbonato-bicarbonato se convierte en ácido carbónico débil. Luego de pasar por la membrana de supresión, la mezcla ya separada se dirige al detector de conductividad, el cual determina la capacidad de los iones en solución para conducir la corriente eléctrica (Rivera, 2007, p. 13)

## **CAPITULO II: Fundamentación sobre el tema elegido.**

### **2.1.DETERMINACIÓN DE LA PROBLEMÁTICA DEL ENSAYO DE DQO**

En SGS sede Cajamarca, en el laboratorio de físico-química, cada año y medio se pasa auditoría por INACAL, la última de ella, para acreditar una nueva matriz de aguas (aguas salinas), acorde con la normativa ISO/IEC 17025:2017 en diferentes métodos; entre ellos el método de DQO.

El problema en esta nueva matriz es el alto contenido de cloruros, que es uno de los interferentes para el método de DQO, dado que no se podía realizar el procedimiento habitual, porque dentro de los tubos de ensayo la muestra en contacto con la soluciones digestoras presentaban una reacción distinta, observando presencia de sales al término de la reacción; debido a esta apariencia no se podía realizar la lectura en el espectrofotómetro, por lo cual la muestra debería pasar un tratamiento previo. El inconveniente para tratar estas aguas es llegar a saber la cantidad de  $\text{HgSO}_4$  que se debe utilizar, tratando de optimizar la cantidad de dicho reactivo.

Antes de llevar a cabo el tratamiento, es factible emplear una cantidad menor de la sustancia química ( $\text{HgSO}_4$ ) cuando se conoce que la concentración de cloruro es inferior a 2000 mg/L en la muestra. Por otro lado, si la muestra contiene 100000 mg/L de  $\text{Cl}^-$ , esto equivale a 1000 mg  $\text{Cl}^-$  por cada 10 ml de muestra, por consiguiente, de acuerdo a la relación 1:10 de la proporción  $\text{Cl}^-/\text{HgSO}_4$ , correspondería adicionarle al volumen de muestra la cantidad de 10 g de  $\text{HgSO}_4$  (American Public Health Association et al., 2017, pp. 5-17, 5-18)

Pese a contar con el equipo de cromatografía iónica, no se podía determinar la cantidad de cloruros que contenían las muestras, ya que al ser una matriz compleja (aguas salinas) las celdas se saturarían y el tiempo de vida de éstas se reduciría, generando un costo extra para la empresa; por lo cual la supervisión tomó la decisión de realizar pruebas asignando la responsabilidad hacia el analista encargado para así determinar la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$ .

## **2.2.DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> PARA LA MEJORA DEL MÉTODO APHA 5220D.**

Para realizar este método se tiene como base la revista científica llamada “Método Estándar para el examen de agua y aguas residuales”, y dentro de esta se especifica el método APHA 5220D (Reflujo cerrado- de reflujo), que consiste en un procedimiento colorimétrico utilizado para analizar muestras de aguas y así determinar la concentración de demanda química de oxígeno. Teniendo esto como base, se procede a realizar el ensayo:

Primero tomamos la muestra de agua salina llegada a laboratorio para realizar el ensayo correspondiente, sabiendo que esta matriz tiene como interferente los cloruros, se realizó el tratamiento que consiste en agregar HgSO<sub>4</sub> a la muestra, aunque se especifica usar 1 gramo de HgSO<sub>4</sub> por cada 50 mililitros de muestra, (según el método colorimétrico) (American Public Health Association et al., 2017, pp. 5-17), donde se menciona las interferencias en cómo y con que tratarlas, específicamente haciendo referencia a las complicaciones causadas por la presencia de cloruros, sugiriendo que es posible reducirlo considerablemente, aunque no en su totalidad, formando así complejos con sulfato.

En conjunto con la supervisión del área se hicieron las pruebas con los distintos pesos de HgSO<sub>4</sub>, los cuales fueron determinados por la supervisión, según los parámetros de evaluación aplicados.

Los pesos indicados en gramos al analista fueron 4; 4.5; 5 y 5.5 en 10, 15 y 20 ml de muestra, teniendo un total de 12 combinaciones para ser analizadas y determinar el mejor resultado. Para verificar la cantidad exacta a utilizar se realizaron 4 pruebas en total, logrando probar la confiabilidad de los resultados.

Se homogeniza la mezcla de la muestra con el HgSO<sub>4</sub> y se deja reposar hasta que la sustancia química precipite, ya que solo se usa el sobrenadante, luego se prepara la curva que son 6 puntos en fioles de 10 ml (Anexo 1), las soluciones de control (patrón, blancos) que se

preparan en fioles de 10 ml (Anexo 2). Teniendo un total de 9 fioles de 10 ml. Luego en una gradilla con 21 tubos de ensayo se colocan 2.5 ml de blancos (2), 2.5 ml de patrón (1), los 6 puntos de curva (6) y las 12 combinaciones (12), haciendo un total de los 21 tubos de ensayo; luego se coloca 1.5 ml de la solución digestora de rango bajo (Anexo 3) y 3.5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> cc; se tapa herméticamente cada tubo y se agita suavemente, ya que es una reacción exotérmica para que toda la mezcla se homogenice. Se colocan en el termoreactor por 2 horas en un rango de temperatura de 148-152 °C; terminado el tiempo en el reactor se deja enfriar, para luego ser leídas en el espectrofotómetro a 420 nm, las absorbancias obtenidas se pasan al sistema implementado por SGS llamado Citrix en una subestación llamada DATA ENTRY, en dicho sistema se colocan las absorbancias obtenidas y otros datos necesarios, con estos datos ingresados se calcula en automático las concentraciones de DQO, lo cual sirve para la elaboración de los informes entregados a los clientes. Los datos obtenidos en la curva son conformes siempre y cuando el coeficiente de correlación sea mayor al 0.995, y en el patrón que es el LCS\_LOW debe estar dentro de los límites según la carta control, se mostrarán en las figuras de las pruebas.

#### ❖ Prueba del ensayo de DQO del 04/04/2022

La figura 3 revela los resultados de la primera prueba, en la columna g (sombreado de rosado) se observan las concentraciones de DQO, donde también se ve que están los controles de calidad que son blancos, patrón y curva de calibración (están en letras rojas) y que también están sombreados de rosado, esto quiere decir que están en su rango dentro de su conformidad. También se observa: en la columna i se colocan las absorbancias obtenidas en el cromatógrafo y en la columna k se coloca la absorbancia del blanco, en la columna l se coloca el rango en el que puede estar el blanco, en la columna m se coloca la cantidad de muestra o control que se usa, en la columna n se coloca la dilución de la muestra o control, en la columna o se coloca la

absorbancia que se utiliza, en la p esta la celda que se utiliza que es de 1 cm, en la g el código del equipo del termoreactor y en la r la temperatura a la que trabajo el termoreactor.

Esta explicación también aplica para la figura 7, 11 y 15.

### Figura 3

Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna g a la r.

	Type	Ident	EnHQC	Inf. Extra	g ew_alpha5220 d_cx cod nrgo2/l demanda química de oxígeno	h ew_alpha5220 d_cx abs nounit	i ew_alpha5220 d_cx conc mg/l	j ew_alpha5220 d_cx pre_abs nounit	k ew_alpha5220 d_cx pre_blank nounit	l ew_alpha5220 d_cx blank_range	m ew_alpha5220 d_cx s_volume ml	n ew_alpha5220 d_cx dil nounit	o ew_alpha5220 d_cx wavelength	p ew_alpha5220 d_cx cell	q ew_alpha5220 d_cx termometer	r ew_alpha5220 d_cx temp °c
1	BLK MB		MB		0.0	0.0	0.000	0.193	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
2	BLK MB		MB		0.0	0.0	0.000	0.193	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
3	UNK	TS2200149.001			28.4	-0.1	28.390	0.138	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
4	UNK	TS2200149.002			27.4	-0.1	27.357	0.14	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
5	UNK	TS2200149.003			25.8	-0.1	25.809	0.143	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
6	UNK	TS2200149.004			24.8	0.0	24.776	0.145	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
7	UNK	TS2200149.005			20.1	0.0	20.131	0.154	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
8	UNK	TS2200149.006			18.6	0.0	18.582	0.157	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
9	UNK	TS2200149.007			19.1	0.0	19.098	0.156	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
10	UNK	TS2200149.008			19.1	0.0	19.098	0.156	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
11	UNK	TS2200149.009			20.6	0.0	20.647	0.153	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
12	UNK	TS2200149.010			19.1	0.0	19.098	0.156	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
13	UNK	TS2200149.011			19.6	0.0	19.615	0.155	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
14	UNK	TS2200149.012			18.6	0.0	18.582	0.157	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
15	STD LCS_LOW2		LCS		30.5	-0.1	30.454	0.134	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
16	STD CALIB_01				4.5	0.0	4.500	0.183	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
17	STD CALIB_02				15.0	0.0	15.000	0.167	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
18	STD CALIB_03				25.0	-0.1	25.000	0.142	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
19	STD CALIB_04				50.0	-0.1	50.000	0.094	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
20	STD CALIB_05				75.0	-0.2	75.000	0.037	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150
21	STD CALIB_06				90.0	-0.2	90.000	0.026	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-P/	150

Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

En la figura 4 se observa la continuación de las columnas de la figura 3, la columna s y t que son columnas que dan la conformidad de la temperatura y en la columna u el código del espectrofotómetro, llenadas todas las columnas se presiona en comando, para darle la opción de línea regression para que nos pueda dar la concentración (columna g) y ahí también son llenadas las columnas h e i.

Esta explicación también aplica para la figura 8, 12 y 16.

**Figura 4**

Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna i a la u.

	Type	Ident	EnhQ C	Inf. Extra	i ew_apha5220 d_cx pre_abs nounit	k ew_apha5220 d_cx pre_blank nounit	l ew_apha5220 d_cx blank_range	m ew_apha5220 d_cx s_volume ml	n ew_apha5220 d_cx dil nounit	o ew_apha5220 d_cx wavelength	p ew_apha5220 d_cx cell	q ew_apha5220 d_cx termometer	r ew_apha5220 d_cx temp °C	s ew_apha5220 d_cx tcv_exp °C	t ew_apha5220 d_cx conf_eqp °C	u ew_apha5220 d_cx equipment
1	BLK	MB	MB		lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)	lq (0)
2	BLK	MB	MB		0.193	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
3	UNK	TS2200149.001			0.193	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
4	UNK	TS2200149.002			0.138	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
5	UNK	TS2200149.003			0.14	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
6	UNK	TS2200149.004			0.143	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
7	UNK	TS2200149.005			0.145	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
8	UNK	TS2200149.006			0.154	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
9	UNK	TS2200149.007			0.157	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
10	UNK	TS2200149.008			0.156	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
11	UNK	TS2200149.009			0.156	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
12	UNK	TS2200149.010			0.153	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
13	UNK	TS2200149.011			0.156	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
14	UNK	TS2200149.012			0.155	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
15	STD	LCS_LOW2	LCS		0.157	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
16	STD	CALIB_01			0.134	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
17	STD	CALIB_02			0.183	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
18	STD	CALIB_03			0.167	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
19	STD	CALIB_04			0.142	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
20	STD	CALIB_05			0.094	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
21	STD	CALIB_06			0.037	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T
					0.026	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/A	150	149.8552	C	MAC-021-T

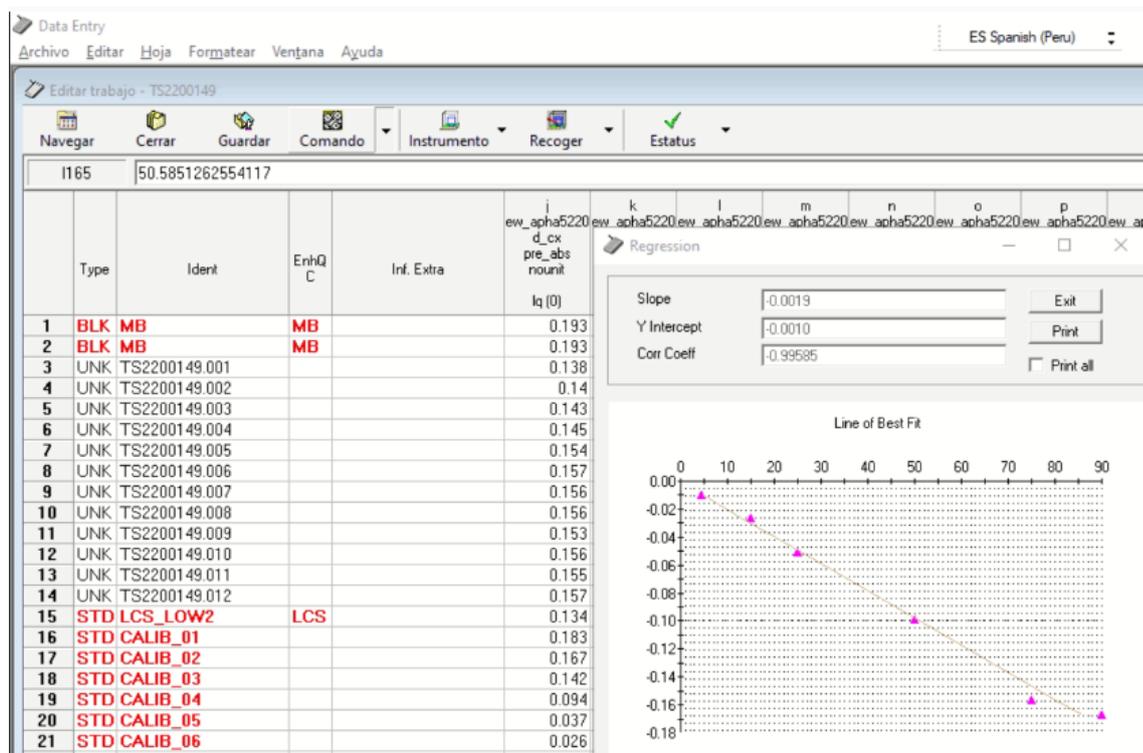
Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

El coeficiente de correlación va de la mano con los datos de la curva de calibración, es aquel que tiene que tener un % mayor al 99.5 en coeficiente 0.995, al poner los datos de absorbancia de la curva y este da mayor al 99.5% quiere decir que está conforme es decir que la solución con la que se preparó la curva, sigue recuperando; por lo contrario, saldría en rojo y se tendría que preparar la solución para curva nuevamente, hasta que salga conforme. En la figura 5 se obtuvo un coeficiente de correlación de 0.99585 lo cual es conforme. Se corre curva una vez por semana para llevar un control exacto de la solución usada para la curva.

Esta explicación también procede para la Figura 9, 13 y 17, el coeficiente de correlación de la Figura 9 tiene un coeficiente de 0.99585, y para la figura 13 y 17 el coeficiente de correlación fue de 0.99940.

**Figura 5**

Coefficiente de correlación de 0.99585



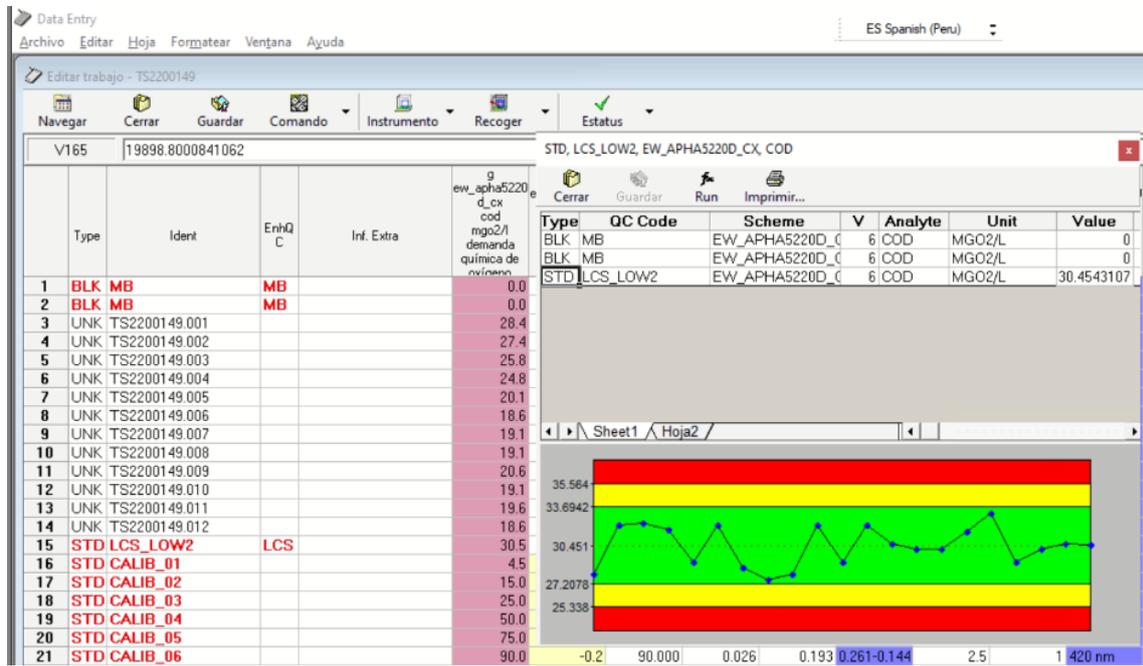
Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

En la figura 6 se observa la Carta Control(QC), el último punto es el control de calidad, en este caso el patrón están dentro de sus límites, el LCS\_LOW tiene límite de 25.338-35.564 de mg O2/L (amarillo y verde), si el punto está dentro de línea verde, quiere decir que la solución usada para el patrón está recuperando de una manera óptima, si el punto está dentro de la línea amarilla quiere decir que la solución usada para el patrón se está agotando, y si el punto saliera en la línea roja quiere decir, que tenemos que volver a preparar solución para patrón porque la que se usó ya no recupera.

Esto explicación también aplica para las figuras 10, 14 y 18.

**Figura 6**

Patrón dentro del límite.



Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

❖ Prueba del en sayo de DQO del 08/04/2022

Figura 7

Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna g a la r.

Type	Ident	EnhQ C	Inf. Extra	g ew_apha5220 d_cx cod mgo2/l demanda de oxigeno	h ew_apha5220 d_cx abs nunit	i ew_apha5220 d_cx conc mg/l	j ew_apha5220 d_cx pre_abs nunit	k ew_apha5220 d_cx pre_blank nunit	l ew_apha5220 d_cx blank_range	m ew_apha5220 d_cx s_volume ml	n ew_apha5220 d_cx dil nunit	o ew_apha5220 d_cx wavelength	p ew_apha5220 d_cx cell	q ew_apha5220 d_cx temometer	r ew_apha5220 d_cx temp °C
1	BLK MB	MB		0.0	0.0	0.000	0.195	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
2	BLK MB	MB		0.0	0.0	0.000	0.195	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
3	UNK	TS2200149.001		28.9	-0.1	28.906	0.139	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
4	UNK	TS2200149.002		27.9	-0.1	27.873	0.141	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
5	UNK	TS2200149.003		27.4	-0.1	27.357	0.142	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
6	UNK	TS2200149.004		26.8	-0.1	26.841	0.143	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
7	UNK	TS2200149.005		20.6	0.0	20.647	0.155	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
8	UNK	TS2200149.006		18.1	0.0	18.066	0.16	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
9	UNK	TS2200149.007		18.6	0.0	18.582	0.159	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
10	UNK	TS2200149.008		18.1	0.0	18.066	0.16	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
11	UNK	TS2200149.009		21.2	0.0	21.163	0.154	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
12	UNK	TS2200149.010		20.6	0.0	20.647	0.155	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
13	UNK	TS2200149.011		18.6	0.0	18.582	0.159	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
14	UNK	TS2200149.012		18.1	0.0	18.066	0.16	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
15	STD LCS_LOW2	LCS		33.0	-0.1	33.035	0.131	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
16	STD CALIB_01			4.5	0.0	4.500	0.183	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
17	STD CALIB_02			15.0	0.0	15.000	0.167	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
18	STD CALIB_03			25.0	-0.1	25.000	0.142	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
19	STD CALIB_04			50.0	-0.1	50.000	0.094	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
20	STD CALIB_05			75.0	-0.2	75.000	0.037	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
21	STD CALIB_06			90.0	-0.2	90.000	0.026	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
22	UNK	TS2200149.013		31.5	-0.1	31.487	0.132	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150

Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

Figura

8

Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna i a la

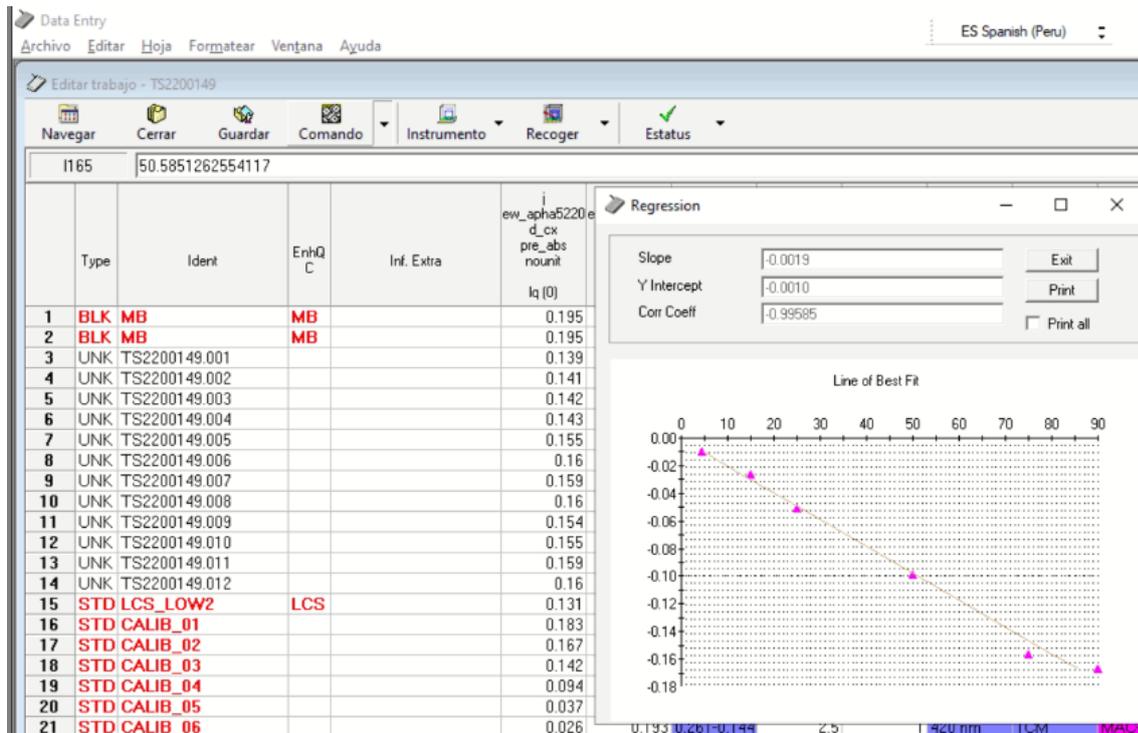
u.

Type	Ident	EnhQ C	Inf. Extra	i ew_apha5220 d_cx pre_abs nunit	j ew_apha5220 d_cx pre_abs nunit	k ew_apha5220 d_cx pre_blank nunit	l ew_apha5220 d_cx blank_range	m ew_apha5220 d_cx s_volume ml	n ew_apha5220 d_cx dil nunit	o ew_apha5220 d_cx wavelength	p ew_apha5220 d_cx cell	q ew_apha5220 d_cx temometer	r ew_apha5220 d_cx temp °C	s ew_apha5220 d_cx tcv_eqp °C	t ew_apha5220 d_cx corif_eqp °C	u ew_apha5220 d_cx equipment
1	BLK MB	MB		0.195	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
2	BLK MB	MB		0.195	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.9874 C		MAC-021-T	
3	UNK	TS2200149.001		0.139	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
4	UNK	TS2200149.002		0.141	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
5	UNK	TS2200149.003		0.142	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
6	UNK	TS2200149.004		0.143	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
7	UNK	TS2200149.005		0.155	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
8	UNK	TS2200149.006		0.16	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
9	UNK	TS2200149.007		0.159	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
10	UNK	TS2200149.008		0.16	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
11	UNK	TS2200149.009		0.154	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
12	UNK	TS2200149.010		0.155	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
13	UNK	TS2200149.011		0.159	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
14	UNK	TS2200149.012		0.16	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
15	STD LCS_LOW2	LCS		0.131	0.195	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
16	STD CALIB_01			0.183	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
17	STD CALIB_02			0.167	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
18	STD CALIB_03			0.142	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
19	STD CALIB_04			0.094	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
20	STD CALIB_05			0.037	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
21	STD CALIB_06			0.026	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	
22	UNK	TS2200149.013		0.132	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552 C		MAC-021-T	

Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

**Figura 9**

*Coefficiente de correlación de 0.99585*

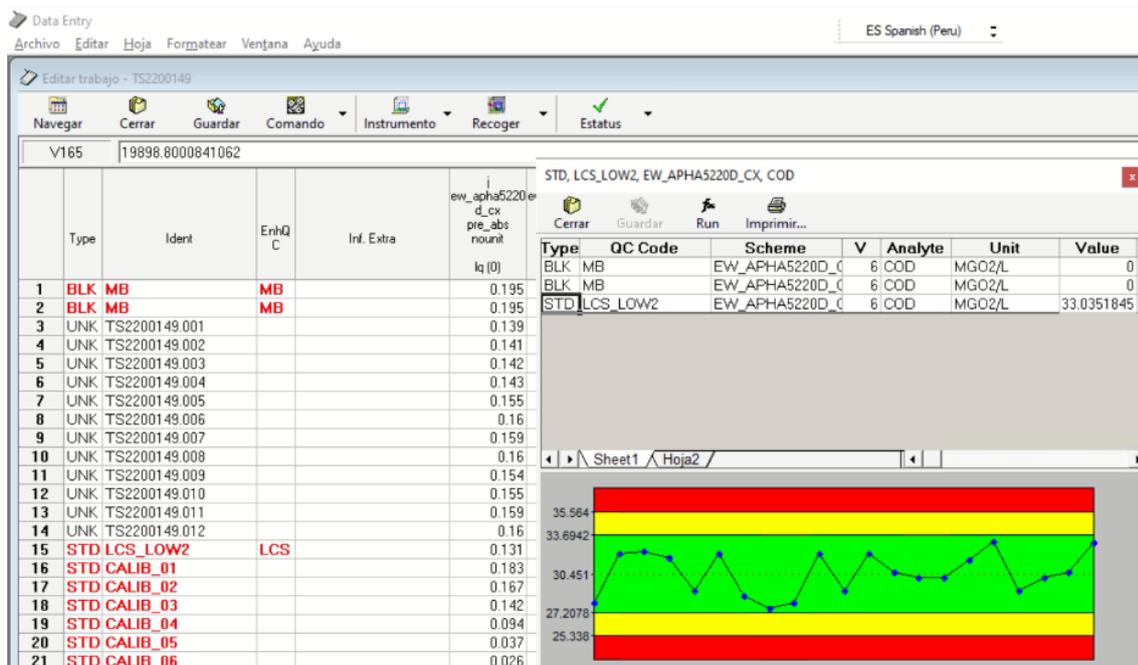


Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

**Figura**

**10**

Patrón dentro del límite.



Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

❖ Prueba del ensayo de DQO del 08/04/2022

Figura 11

Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna g a la r.

Type	Ident	EnhQ C	Inf. Extra	g ew_alpha5220 d_cx cod mgO <sub>2</sub> /l demanda química de oxígeno	h ew_alpha5220 d_cx abs nounit	i ew_alpha5220 d_cx conc mg/l	j ew_alpha5220 d_cx pre_abs nounit	k ew_alpha5220 d_cx pre_blank nounit	l ew_alpha5220 d_cx blank_range	m ew_alpha5220 d_cx s_volume ml	n ew_alpha5220 d_cx dil nounit	o ew_alpha5220 d_cx wavelength	p ew_alpha5220 d_cx cell	q ew_alpha5220 d_cx thermometer	r ew_alpha5220 d_cx temp °C
1	BLK MB	MB		0.0	0.0	0.000	0.200	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
2	BLK MB	MB		0.0	0.0	0.000	0.200	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
3	UNK	TS2200149.001		27.9	-0.1	27.874	0.144	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
4	UNK	TS2200149.002		28.4	-0.1	28.371	0.143	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
5	UNK	TS2200149.003		27.4	-0.1	27.377	0.145	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
6	UNK	TS2200149.004		26.9	-0.1	26.881	0.146	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
7	UNK	TS2200149.005		20.1	0.0	20.123	0.160	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
8	UNK	TS2200149.006		18.6	0.0	18.583	0.163	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
9	UNK	TS2200149.007		19.1	0.0	19.080	0.162	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
10	UNK	TS2200149.008		18.6	0.0	18.583	0.163	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
11	UNK	TS2200149.009		21.1	0.0	21.117	0.158	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
12	UNK	TS2200149.010		20.1	0.0	20.123	0.160	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
13	UNK	TS2200149.011		19.1	0.0	19.080	0.162	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
14	UNK	TS2200149.012		18.6	0.0	18.583	0.163	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
15	STD LCS_LOW2	LCS		31.8	-0.1	31.800	0.136	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
16	STD CALIB_01			4.5	0.0	4.500	0.197	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
17	STD CALIB_02			15.0	0.0	15.000	0.177	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
18	STD CALIB_03			25.0	0.0	25.000	0.154	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
19	STD CALIB_04			50.0	-0.1	50.000	0.101	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
20	STD CALIB_05			75.0	-0.1	75.000	0.053	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
21	STD CALIB_06			90.0	-0.2	90.000	0.027	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
22	UNK	TS2200149.013		30.3	-0.1	30.309	0.132	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150

Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

Figura 12

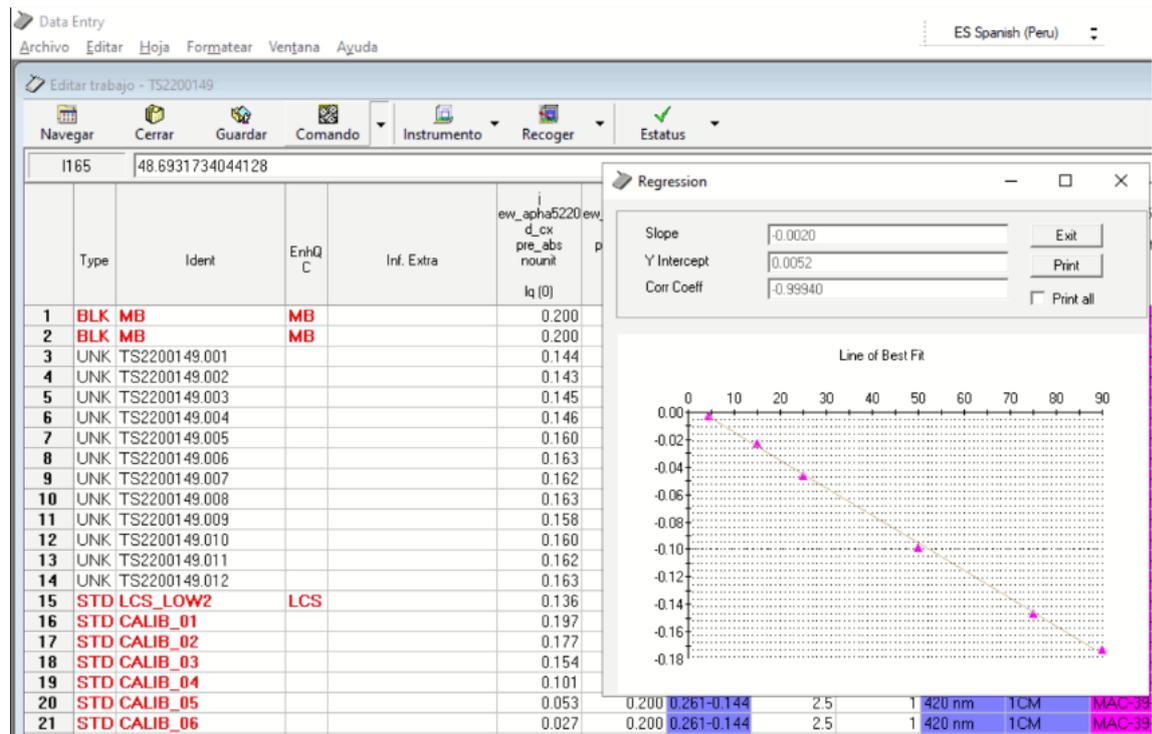
Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna i a la u.

Type	Ident	EnhQ C	Inf. Extra	i ew_alpha5220 d_cx pre_abs nounit	k ew_alpha5220 d_cx pre_blank nounit	l ew_alpha5220 d_cx blank_range	m ew_alpha5220 d_cx s_volume ml	n ew_alpha5220 d_cx dil nounit	o ew_alpha5220 d_cx wavelength	p ew_alpha5220 d_cx cell	q ew_alpha5220 d_cx thermometer	r ew_alpha5220 d_cx temp °C	s ew_alpha5220 d_cx tcv_eqp °C	t ew_alpha5220 d_cx conf_eqp °C	u ew_alpha5220 d_cx equipment
1	BLK MB	MB		0.200	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
2	BLK MB	MB		0.200	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.9874	C	MAC-021-T
3	UNK	TS2200149.001		0.144	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
4	UNK	TS2200149.002		0.143	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
5	UNK	TS2200149.003		0.145	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
6	UNK	TS2200149.004		0.146	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
7	UNK	TS2200149.005		0.160	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
8	UNK	TS2200149.006		0.163	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
9	UNK	TS2200149.007		0.162	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
10	UNK	TS2200149.008		0.163	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
11	UNK	TS2200149.009		0.158	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
12	UNK	TS2200149.010		0.160	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
13	UNK	TS2200149.011		0.162	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
14	UNK	TS2200149.012		0.163	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
15	STD LCS_LOW2	LCS		0.136	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
16	STD CALIB_01			0.197	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
17	STD CALIB_02			0.177	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
18	STD CALIB_03			0.154	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
19	STD CALIB_04			0.101	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
20	STD CALIB_05			0.053	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
21	STD CALIB_06			0.027	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
22	UNK	TS2200149.013		0.132	0.193	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T

Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

**Figura 13**

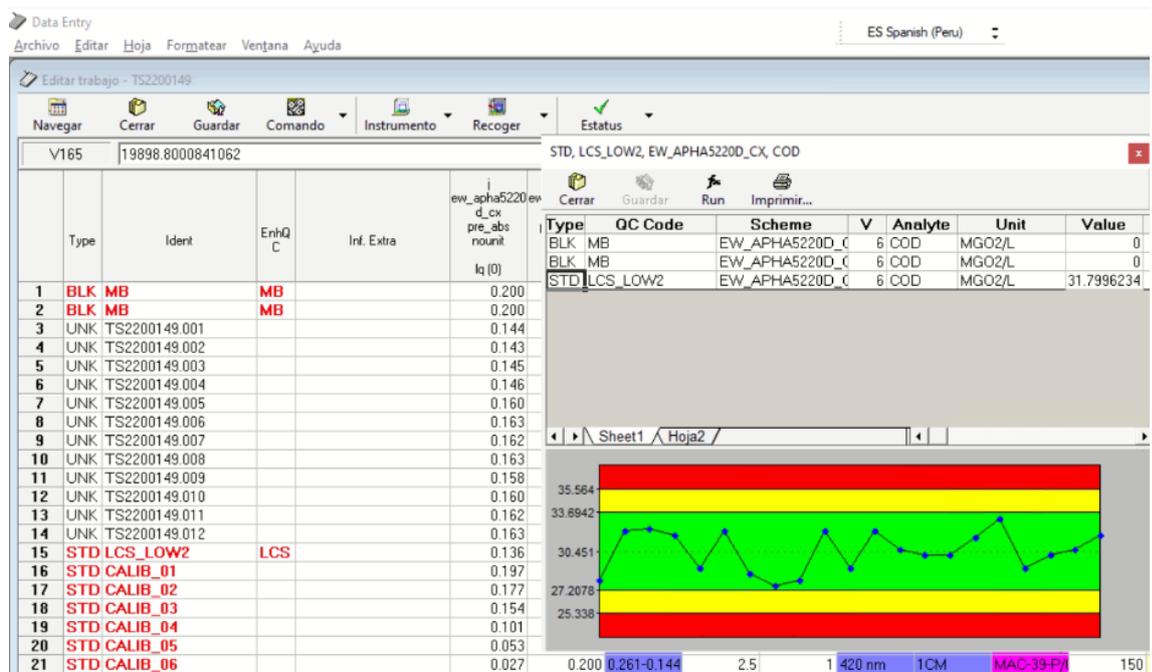
*Coefficiente de correlación de 0.99940*



Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

**Figura 14**

*Patrón dentro del límite*



Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

❖ Prueba del en sayo de DQO del 16/04/2022

Figura 15

Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna g a la r.

Type	Ident	EnhQ C	Inf. Extra	g ew_apha5220 d_cx cod mgo2/l demanda quimica de oxigeno	h ew_apha5220 d_cx abs nounit	i ew_apha5220 d_cx conc mg/l	j ew_apha5220 d_cx pre_abs nounit	k ew_apha5220 d_cx pre_blank nounit	l ew_apha5220 d_cx blank_range	m ew_apha5220 d_cx s_volume ml	n ew_apha5220 d_cx dil nounit	o ew_apha5220 d_cx wavelength	p ew_apha5220 d_cx cell	q ew_apha5220 d_cx temometer	r ew_apha5220 d_cx temp c
1	BLK MB	MB		0.0	0.0	0.000	0.198	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
2	BLK MB	MB		0.0	0.0	0.000	0.198	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
3	UNK	TS2200149.001		28.9	-0.1	28.868	0.140	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
4	UNK	TS2200149.002		28.4	-0.1	28.371	0.141	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
5	UNK	TS2200149.003		28.9	-0.1	28.868	0.140	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
6	UNK	TS2200149.004		27.4	-0.1	27.377	0.143	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
7	UNK	TS2200149.005		19.9	0.0	19.875	0.158	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
8	UNK	TS2200149.006		18.1	0.0	18.086	0.162	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
9	UNK	TS2200149.007		19.1	0.0	19.129	0.160	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
10	UNK	TS2200149.008		18.6	0.0	18.583	0.161	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
11	UNK	TS2200149.009		20.6	0.0	20.570	0.157	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
12	UNK	TS2200149.010		20.1	0.0	20.123	0.158	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
13	UNK	TS2200149.011		19.1	0.0	19.129	0.160	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
14	UNK	TS2200149.012		19.1	0.0	19.129	0.160	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
15	STD LCS_LOW2	LCS		29.3	-0.1	29.315	0.139	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
16	STD CALIB_01			4.5	0.0	4.500	0.197	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
17	STD CALIB_02			15.0	0.0	15.000	0.177	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
18	STD CALIB_03			25.0	0.0	25.000	0.154	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
19	STD CALIB_04			50.0	-0.1	50.000	0.101	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
20	STD CALIB_05			75.0	-0.1	75.000	0.053	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150
21	STD CALIB_06			90.0	-0.2	90.000	0.027	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150

Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

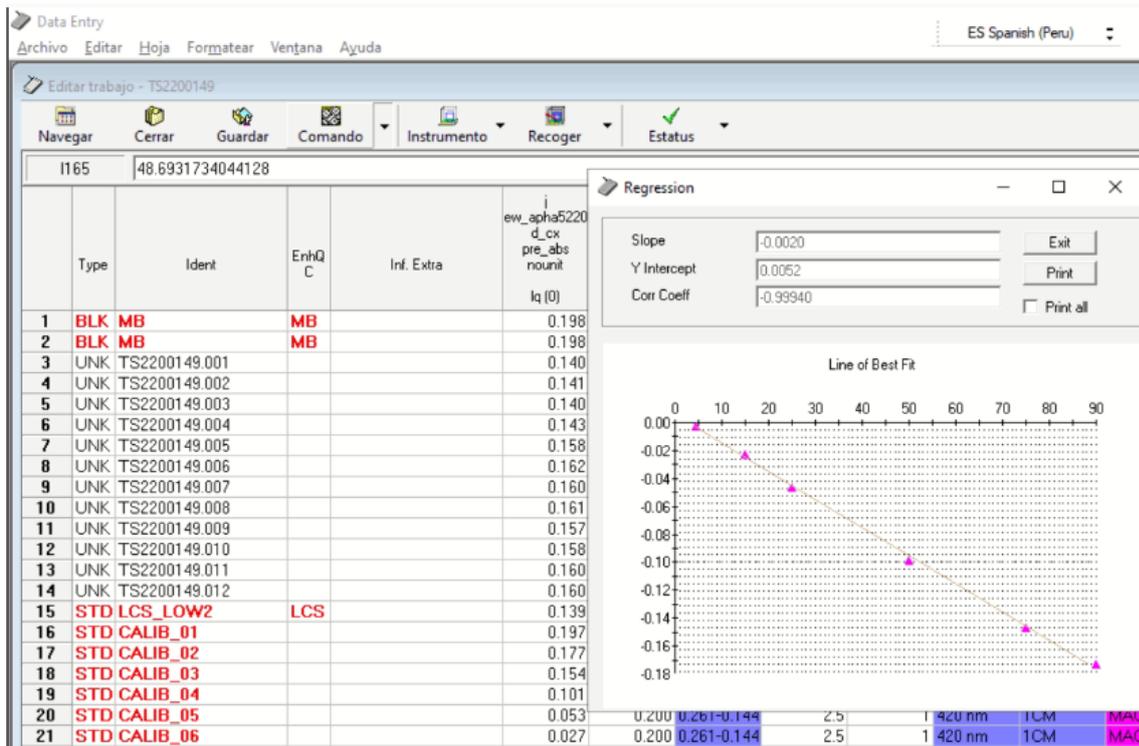
Figura 16

Resultados de DQO de la primera corrida en el sistema de SGS, se visualiza la columna i a la u.

Type	Ident	EnhQ C	Inf. Extra	i ew_apha5220 d_cx pre_abs nounit	k ew_apha5220 d_cx pre_blank nounit	l ew_apha5220 d_cx blank_range	m ew_apha5220 d_cx s_volume ml	n ew_apha5220 d_cx dil nounit	o ew_apha5220 d_cx wavelength	p ew_apha5220 d_cx cell	q ew_apha5220 d_cx temometer	r ew_apha5220 d_cx temp c	s ew_apha5220 d_cx tcv_eqp c	t ew_apha5220 d_cx corri_eqp c	u ew_apha5220 d_cx equipment
1	BLK MB	MB		0.198	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
2	BLK MB	MB		0.198	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.9874	C	MAC-021-T
3	UNK	TS2200149.001		0.140	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
4	UNK	TS2200149.002		0.141	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
5	UNK	TS2200149.003		0.140	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
6	UNK	TS2200149.004		0.143	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
7	UNK	TS2200149.005		0.158	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
8	UNK	TS2200149.006		0.162	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
9	UNK	TS2200149.007		0.160	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
10	UNK	TS2200149.008		0.161	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
11	UNK	TS2200149.009		0.157	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
12	UNK	TS2200149.010		0.158	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
13	UNK	TS2200149.011		0.160	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
14	UNK	TS2200149.012		0.160	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
15	STD LCS_LOW2	LCS		0.139	0.198	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
16	STD CALIB_01			0.197	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
17	STD CALIB_02			0.177	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
18	STD CALIB_03			0.154	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
19	STD CALIB_04			0.101	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
20	STD CALIB_05			0.053	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T
21	STD CALIB_06			0.027	0.200	0.261-0.144	2.5	1	420 nm	1CM	MAC-39-F/1	150	149.8552	C	MAC-021-T

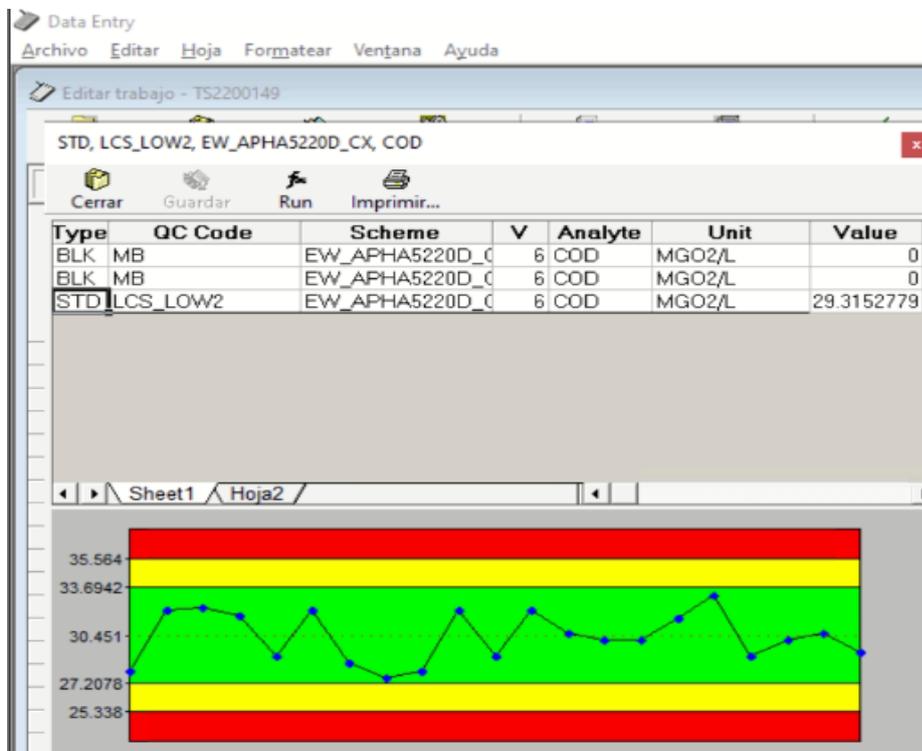
Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

**Figura 17**  
*Coficiente de correlación de 0.99940*



Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

**Figura 18**  
*Patrón dentro del limite.*



Nota: Recuperado del Sistema Implementado por SGS.

### CAPITULO III: Aportes y desarrollo de experiencias.

Con el presente problema que se presentaba para pasar la auditoría, de no tener forma de saber cuánto de cloruro tenían las muestras, a pesar de que se contaba con el equipo para detectar los cloruros por cromatografía iónica, no se podía determinar la cantidad de cloruros que contenían las muestras, ya que al ser una matriz compleja (aguas salinas) las celdas se saturarían y el tiempo de vida de éstas se reduciría, generando un costo extra para la empresa, por lo cual se tomó la decisión de hacer experimentos cargando la responsabilidad hacia mi persona, para así determinar la cantidad óptima de HgSO<sub>4</sub>.

#### 3.1.Resultados de la implementación para la obtención optima del reactivo.

Luego de realizadas las 4 pruebas para la validación del método estándar 5220D, como se observan en las Tablas 8, 9, 10 y 11; se obtuvo como resultado que la cantidad óptima del HgSO<sub>4</sub> para el ensayo de DQO en matriz de aguas salinas a usarse es de 4.5 g en 15 ml de muestra de agua salina, estos resultados pasaron por la persona encargada de control de calidad, es decir la supervisora de área pasando los resultados obtenidos por parámetros de validación.

**Tabla 8**

*Absorbancias y concentraciones de la prueba del 04/04/2022.*

<b>Prueba del 4/04/2023</b>		
<b>20 mL de muestra</b>		
<b>gr HgSO<sub>4</sub></b>	<b>Absorvancia</b>	<b>Concentración</b>
4	0.138	28.4
4.5	0.14	27.4
5	0.143	25.8
5.5	0.145	24.8
<b>15 mL de muestra</b>		
<b>gr HgSO<sub>4</sub></b>	<b>Absorvancia</b>	<b>Concentración</b>
4	0.154	20.1
4.5	0.157	18.6
5	0.156	19.1
5.5	0.156	19.1
<b>10 mL de muestra</b>		
<b>gr HgSO<sub>4</sub></b>	<b>Absorvancia</b>	<b>Concentración</b>

4	0.153	20.6
4.5	0.156	20.6
5	0.155	19.1
5.5	0.157	18.6
Control y Curva de Calibración		
BK1	0.193	0
BK2	0.193	0
CC 4.5	0.183	4.5
CC15	0.167	15
CC25	0.142	25
CC50	0.094	50
CC75	0.037	75
CC90	0.026	90
LOW1	0.134	30.5

Nota: Elaboración propia.

**Tabla 9**

*Absorbancias y concentraciones de la prueba del 08/04/2022.*

8/04/2022		
20 mL de muestra		
gr HgSO4	Absorvancia	Concentración
4	0.137	28.9
4.5	0.139	27.9
5	0.14	27.4
5.5	0.141	26.8
15 mL de muestra		
gr HgSO4	Absorvancia	Concentración
4	0.155	20.6
4.5	0.16	18.1
5	0.159	18.6
5.5	0.16	18.1
10 mL de muestra		
gr HgSO4	Absorvancia	Concentración
4	0.154	21.2
4.5	0.155	20.6
5	0.159	18.6
5.5	0.16	18.1
Control y Curva de Calibración		
BK1	0.195	0
BK2	0.195	0
CC 4.5	0.183	4.5

CC15	0.167	15
CC25	0.142	25
CC50	0.094	50
CC75	0.037	75
CC90	0.026	90
LOW1	0.131	33

Nota: Elaboración propia.

### Tabla 10

*Absorbancias y concentraciones de la prueba del 11/04/2022.*

11/04/2022		
20 mL de muestra		
gr HgSO4	Absorvancia	Concentración
4	0.144	27.9
4.5	0.143	28.4
5	0.145	27.4
5.5	0.146	26.9
15 mL de muestra		
gr HgSO4	Absorvancia	Concentración
4	0.16	20.1
4.5	0.163	18.6
5	0.162	19.1
5.5	0.163	18.6
10 mL de muestra		
gr HgSO4	Absorvancia	Concentración
4	0.158	21.1
4.5	0.16	20.1
5	0.162	19.1
5.5	0.163	18.6
Control y Curva de Calibración		
BK1	0.2	0
BK2	0.2	0
CC 4.5	0.197	4.5
CC15	0.177	15
CC25	0.154	25
CC50	0.101	50
CC75	0.053	75
CC90	0.027	90
LOW1	0.136	31.8

Nota: Elaboración propia.

**Tabla 11***Absorbancias y concentraciones de la prueba del 16/04/2022.*

<b>16/04/2022</b>		
<b>20 mL de muestra</b>		
<b>gr HgSO4</b>	<b>Absorvancia</b>	<b>Concentración</b>
4	0.14	28.9
4.5	0.141	28.4
5	0.14	28.9
5.5	0.143	27.4
<b>15 mL de muestra</b>		
<b>gr HgSO4</b>	<b>Absorvancia</b>	<b>Concentración</b>
4	0.158	19.9
4.5	0.162	18.1
5	0.16	19.1
5.5	0.161	18.6
<b>10 mL de muestra</b>		
<b>gr HgSO4</b>	<b>Absorvancia</b>	<b>Concentración</b>
4	0.157	20.6
4.5	0.158	20.1
5	0.16	19.1
5.5	0.16	19.1
<b>Control y Curva de Calibración</b>		
BK1	0.198	0
BK2	0.198	0
CC 4.5	0.197	4.5
CC15	0.177	15
CC25	0.154	25
CC50	0.101	50
CC75	0.053	75
CC90	0.027	90
LOW1	0.139	29.3

Nota: Elaboración propia.

Como se observan en las 4 últimas Tablas, las concentraciones empiezan hacer constantes a partir de la dosificación de 4.5g en 15 ml de muestra, al comparar resultados con las muestras de 10 y 20 ml con todas las cantidades de HgSO<sub>4</sub>, las pruebas con 20 ml no son óptimas, y con las de 10 ml se obtienen las mismas concentraciones, pero usando mayor cantidad de reactivo, por eso la cantidad óptima del HgSO<sub>4</sub> en las diferentes fechas de realización de las pruebas es 4.5 g HgSO<sub>4</sub> en 15 ml de muestra. Estos resultados sirvieron

como base para realizar un nuevo documento relacionado para esta nueva matriz, pasando así de forma satisfactoria la auditoria por Inacal, obteniendo la validación del método, y así sincerar los resultados de la muestra a los clientes al eliminar la interferencia de cloruros y esto también ayudó a generar la reducción de costos al tener una concentración exacta de dosificación del reactivo.

## CONCLUSIONES

- Se logró determinar la cantidad óptima de  $\text{HgSO}_4$  para el ensayo de DQO en matriz de aguas salinas la cual fue 4.5 g en 15 ml de muestra; y al hacer la comparativa primero al de 20 ml de muestra se observa que las concentraciones de DQO no son óptimas por lo que las concentraciones salen muy altas, eso quiere decir que hay mucha cantidad de muestra y muy poco reactivo; con la corrida de 10 ml se van obteniendo las mismas concentraciones pero usando mayor cantidad de reactivo, es decir la linealidad para la concentración de DQO se hace constante, con estos datos obtenidos se logró pasar satisfactoriamente la auditoría de Inacal.
- Se logró mejorar el método estándar 5220D para la eliminación de interferentes en la matriz de aguas salinas, haciéndose un documento relacionado de uso interno para todos los analistas que a futuro realizaran el método.
- Se logró realizar eficientemente los controles de calidad (blancos y patrón), por lo que, sin estos controles no se podrían sincerar los resultados, ya que son bases para la conformidad del método.

## RECOMENDACIONES

- Antes de comenzar a realizar cualquier ensayo de laboratorio, siempre se debe verificar y registrar los controles ambientales, así como también verificar que los equipos y conexiones eléctricas estén en buen estado antes de comenzar la actividad y si se requiere ajustar o calibrarlos se procede a hacerlos.
- Se recomienda que para este método estándar 5220D se debe utilizar 4.5g de HgSO<sub>4</sub> en 15 ml de muestra, ya que se hicieron las pruebas necesarias para obtener ese resultado en la eliminación del interferente principal en aguas salinas.
- Para realizar el método estándar 5220D se recomienda realizar los controles de calidad, estos controles no permiten obtener datos confiables.
- Se recomienda usar material limpio o nuevo, antes de usarse dejar remojando con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 20% por un día para eliminar cualquier elemento que afecte al método.
- Como el método estándar 5220D es un método contaminante y peligroso se recomienda siempre usar los equipos de protección personal para minimizar los riesgos presentes.

## REFERENCIAS

ALCORA. (2021, octubre 6). *Cómo tomar muestras de aguas potables, superficiales y residuales*.

<https://alcora.es/blog/muestra-de-agua-para-analisis-toma-conservacion-y-cadena-de-custodia/>

ALS, & CORPLAB. (2016, octubre 15). *Clasificación de La Matriz Agua para Ensayos de Laboratorio | PDF | Aguas residuales | Agua de mar*. Scribd.

<https://es.scribd.com/document/327630486/Clasificacion-de-La-Matriz-Agua-Para-Ensayos-de-Laboratorio-1>

American Public Health Association, Clesceri, L. S., Eaton, A. D., Rice, E. W., American Water Works Association, & Water Environment. (2017). *STANDAR METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER & WATER*. American Public Health Association, 5-17.

García, E. (2015). *INGENIERO CIVIL EDUARDO GARCÍA HERNÁNDEZ*. 93.

HANNA instruments. (2004, enero 1). *Demanda química de oxígeno*.

<https://www.hannainst.es/blog/81/demanda-quimica-de-oxigeno>

Huarcaya, J. (Director). (2021, julio 29). *SGS por el Perú—Cajamarca | #SGSporElPerú | Nuestro equipazo en #Cajamarca 🇵🇪. Desde hace más de 25 años venimos desarrollando diversos servicios para las principales empresas del... | By SGS | Facebook*.

<https://web.facebook.com/SGSdelPeru/videos/sgs-por-el-per%C3%BA-cajamarca/248464890215985/>

INACAL. (2023a, octubre 22). *Información institucional*.

<https://www.gob.pe/institucion/inacal/institucional>

INACAL. (2023b, octubre 26). *Procedimiento General de Acreditación*. <https://www.gob.pe/14665-procedimiento-general-de-acreditacion>

INACAL, aurix P. (2018, enero 3). *Normas Técnicas Peruanas—INACAL*. INACAL portal.

<http://www.inacal.gob.pe/cid/categoria/normas-tecnicas-peruanas>

Instituto Nacional de Metrología de Colombia, Red Colombianan de Metrología, & ONAC. (2021).

*GUÍA DE CALIBRACIÓN DE ESPECTROFOTÓMETROS UV-Vis INM/GTM-FR-E/01.*

<https://inm.gov.co/web/wp-content/uploads/2021/11/M-06-F-01-Guia-de-calibracion-espectrofotometros-ISBN.pdf>

Leon, C. A. L. (2009). *Estandarización y validación de una técnica para medición de la demanda*

*bioquímica de oxígeno por el método respirométrico y la demanda química de oxígeno por el método colorimétrico.*

LOT INTERNACIONAL. (2019, marzo 8). *LOT INTERNACIONAL*. <http://www.lotinternacional.com/>

Medina Portillo, L. (2016). Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, S.C.

*Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencia y Nanotecnología*, 9(16), 148.

<https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2016.16.56909>

*NTP\_ISO\_IEC\_17025\_2017.pdf*. (s. f.). Recuperado 22 de octubre de 2023, de

[https://transparencia.produce.gob.pe/images/stories/Repositorio/transparencia/proyectos-de-inversion/niveles-de-servicio/2021/ITP/NC/NTP\\_ISO\\_IEC\\_17025\\_2017.pdf](https://transparencia.produce.gob.pe/images/stories/Repositorio/transparencia/proyectos-de-inversion/niveles-de-servicio/2021/ITP/NC/NTP_ISO_IEC_17025_2017.pdf)

Pérez, S. (2018). Aplicación de vermifiltros para reducir el DQO y DBO del agua residual de un

Laboratorio de Análisis Químico, 2018. *Universidad César Vallejo*, 116.

Quispe, S. P. L. (2019). *Informe de experiencia profesional realizadas en la empresa certificaciones del*

*Perú S.A Laboratorion Ambiental*.

<https://repositorio.unsa.edu.pe/server/api/core/bitstreams/7e1aa8c4-ad35-47e3-8076-fd6882b04d93/content>

Sejzer, R. (2023, septiembre 4). *Auditoría en Laboratorio según ISO/IEC 17025:2017*.

<https://es.linkedin.com/pulse/auditor%C3%ADa-en-laboratorio-seg%C3%BAn-isoiec-170252017-ra%C3%BAI-sejzer>

TECNAL. (2023, octubre 22). *Tecnal—Determinación de DQO: reflujo cerrado y colorimetría*.

[https://www.tecnal.com.br/es/blog/258\\_determinacion\\_de\\_dqo\\_reflujo\\_cerrado\\_y\\_colorimetria](https://www.tecnal.com.br/es/blog/258_determinacion_de_dqo_reflujo_cerrado_y_colorimetria)

Tepavitcharova, S., Rabadjieva, D., Todorov, T., Kovacheva, A., Dassenakis, M., & Paraskevopoulou, V.

(2014). Chemical speciation in fresh, saline and hyper-saline waters. *Pure and Applied*

*Chemistry*, 86(7), 1097-1104. <https://doi.org/10.1515/pac-2014-0107>

UMIVALE ACTIVA. (2023). *Guía Analista de laboratorio químico*. 15.

## ANEXOS

### Anexo 1

#### Curva de calibración para rango bajo del método de DQO.

Solución stock curva (mgO <sub>2</sub> /L)	Volumen final (ml)	Volumen de alícuota sol stock curva (ml)	Concentración final (mg/L)
500	10	0.09	4.5
500	10	0.3	15
500	10	0.5	25
500	10	1	50
500	10	1.5	75
500	10	1.8	90

### Anexo 2

#### Soluciones controles para rango bajo.

Controles	Solución estándar (mg O <sub>2</sub> /L)	Volumen de la solución estándar (mL)	Volumen final (mL)	Concentración final (mg O <sub>2</sub> /L)
Patrón rango bajo LCS_LOW	3000	0.1	10	30
Adición SPK_LOW (MS)	3000	0.1	10	30
Adición SPK_LOW (MS)	3000	0.1	10	30

### Anexo 3

#### Soluciones preparadas para el uso del método 5220D-Método colorimétrico.

##### Solución de digestión rango bajo

Añádanse a unos 500 ml de agua destilada, 1.022g de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, previamente secado a 150 °C durante 2 horas (o según certificado de análisis), 167 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado y 33.3 g HgSO<sub>4</sub>. Disuélvase, enfríese a temperatura ambiente y aforar hasta 1L.

##### Preparación de la solución Ftalato de hidrógeno de potasio-5000mg O<sub>2</sub>/L (Curva rango alto)

Triturar ligeramente y luego secar el ftalato de hidrógeno de potasio (HOCC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK) A 110°C por una hora. Disolver 4.251 g con agua purificada y aforar hasta 1 L. Mantener refrigerado por 1 mes.

### **Preparación de la solución Ftalato de hidrógeno de potasio-500mg O<sub>2</sub>/L (Curva rango alto)**

Tomar una alícuota de 10 mL de la solución de 5000mg O<sub>2</sub>/L y llevar a volumen hasta 100 mL. Mantener refrigerado por 2 semanas.

### **Preparación de la solución Ftalato de hidrógeno de potasio-30000mg O<sub>2</sub>/L (Patrón rango alto)**

Triturar ligeramente y luego secar el ftalato de hidrógeno de potasio (HOOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK) A 110°C por una hora. Disolver 2.551 g con agua purificada y aforar hasta 100mL. Mantener refrigerado por 1 mes.

### **Preparación de la solución Ftalato de hidrógeno de potasio-3000mg O<sub>2</sub>/L (Patrón rango alto)**

Tomar una alícuota de 10 mL de la solución de 30000mg O<sub>2</sub>/L y llevar a volumen hasta 100 mL. Mantener refrigerado por 2 semanas.

## **Anexo 4**

### **Encabezado de un documento relacionado por la empresa SGS del Perú**

	<b>DOCUMENTO RELACIONADO SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD</b>	Código : ANA-DR-I&E-ENV.185
		Revisión : 03
<b>Título: CONSIDERACIONES ADICIONALES PARA LA DETERMINACION DE DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO SMEWW-APHA-AWWA-WEF- 5220D</b>		Página : 1 de 6
		Fecha : <u>Marzo 2022</u>
Copia Asignada a:	<b>LA COPIA IMPRESA DE ESTE DOCUMENTO ES UNA COPIA NO CONTROLADA</b>	Aprobado : JÑ/JH

## Anexo 5

### Ficha de competencia técnica de Yajaira Farro Bravo para el método 5220D en la matriz de agua salina.

ANA-R-GEN.68 Yajaira Farro 2022-2023 - Excel

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

Portapapeles Fuente Alineación Número Formato condicional Dar formato como tabla Estilos de celda Insertar Eliminar Formato Celdas

D10 =DQO!F13

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

**SGS**

FICHA DE COMPETENCIA TECNICA DEL PERSONAL - LABORATORIO: **MAC**

Nombre : **Yajaira Farro** Cargo : **Analista**

CALIFICACION TECNICA (ENSAYOS)							
Nº	PRODUCTO	MÉTODO O PROCEDIMIENTO O TEMA	ANALITO O PROCESO	ESQUEMA CCLAS (SI APLICA)	FECHA DE AUTORIZACIÓN	FECHA DE EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO	V.B DEL RESPONSABLE DE AUTORIZACIÓN
16	AGUA SALINA (AGUA DE MAR) AGUA SALINA (AGUA SALOBRE) AGUA SALINA (AGUA DE INYECCIÓN)	SMEV/v-APHA-A/W/A-WEP Part 5220 D, 23rd Ed. 2017. Chemical Oxygen Demand (COD). Closed Reflux, Colorimetric Method	Demanda Química de Oxígeno	EW_APHAR220D_CX	30/03/2022	30/03/2023	Jade Huarcaya Soto

Ficha de competencia técnica DQO hkmandel



### ACTA DE SUSTENTACIÓN - 2024

Siendo las 11:00 am del día lunes 01 de abril del 2024, se reunieron en la sala de sustentación de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias los miembros del jurado evaluador del Trabajo de Suficiencia Profesional titulado: **“Determinación de la cantidad óptima de HgSO<sub>4</sub> para el ensayo de DQO y mejorar el método estándar 5220D en matriz de aguas salinas, en SGS del Perú.”**, designados con Res. N°376-2023-D-FIQIA-VIRTUAL del 22 de noviembre del 2023 y aprobada con Res. N°177-2024-D-FIQIA-VIRTUAL de fecha 26 de febrero 2024, con la finalidad de Evaluar y Calificar la sustentación del Trabajo de Suficiencia Profesional antes mencionado, conformados por los siguientes docentes:

- **Presidente:** Dr. Abraham Guillermo Ygnacio Santa Cruz
- **Secretario:** M.Sc. Rubén Dario Sachun García
- **Vocal:** M.Sc. Manuel Antonio Diaz Paredes

El Trabajo de Suficiencia Profesional fue asesorada por la Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar, nombrado por Res. N°321-2023-D-FIQIA-VIRTUAL (31/10/23). El acto de sustentación es autorizado con Res. N°153-2024-D-FIQIA-VIRTUAL de fecha 27 de marzo del 2024.

El Trabajo de Suficiencia Profesional fue presentado y sustentado por la Bachiller: **FARRO BRAVO YAJAIRA YOSELLIN**; de la escuela de Ingeniería Química y tuvo una duración de 60 minutos.

Después de la sustentación, y absueltas las preguntas y observaciones de los miembros del jurado; se procedió a la calificación respectiva, otorgándole el calificativo de 1.0 (Decimocho) en la escala vigesimal, mención Muy Buena

Por lo que queda APTO para obtener el Título Profesional de **INGENIERA QUIMICA** de acuerdo con la Ley Universitaria 30220 y la normatividad vigente de la Facultad de Ingeniería Química e Industrias Alimentarias y la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo.

Siendo las 12:00 M se dio por concluido el presente acto académico, dándose conformidad al presente acto, con la firma de los miembros del jurado.

Firmas

  
.....  
Presidente  
Dr. ABRAHAM G. YGNACIO SANTA CRUZ

  
.....  
Vocal  
M.Sc. MANUEL ANTONIO DIAZ PAREDES

  
.....  
Secretario  
M.Sc. RUBEN DARIO SACHUN GARCIA

  
.....  
Asesor  
Dra. TARCILA AMELIA CABRERA SALAZAR

**CONSTANCIA DE APROBACIÓN DE ORIGINALIDAD DE TRABAJO DE  
SUFICIENCIA PROFESIONAL**

YO, Tarcila Amelia Cabrera Salazar, Asesora de trabajo de suficiencia profesional del bachiller:

**Yajaira Yosellin Farro Bravo**

Titulada:

**“DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD ÓPTIMA DE HGSO<sub>4</sub> PARA EL ENSAYO DE DQO Y MEJORAR EL MÉTODO ESTÁNDAR 520D EN LA MATRIZ DE AGUAS SALINAS, EN SGS DEL PERÚ SAC-CAJAMARCA.”**

Luego de la revisión exhausta del documento costado que la misma tiene un índice de similitud del 19 % verificable en el reporte de similitud del programa Turnitin.

La suscrita analizo dicho reporte y concluyo que cada una de las coincidencias detectadas no constituye plagio. A mi leal saber y entender el trabajo de suficiencia profesional cumple con todas las normas para el uso de citas y referencias establecidas por la Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo.



---

Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

Lambayeque, 26 de enero del 2024

# DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD ÓPTIMA DE HGSO4 PARA EL ENSAYO DE DQO Y MEJORAR EL MÉTODO ESTÁNDAR 5220D EN LA MATRIZ DE AGUAS SALINAS, EN SGS DEL PERÚ SAC-CAJAMARCA

## INFORME DE ORIGINALIDAD

<b>19%</b>	<b>18%</b>	<b>3%</b>	<b>9%</b>
INDICE DE SIMILITUD	FUENTES DE INTERNET	PUBLICACIONES	TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

## FUENTES PRIMARIAS

<b>1</b>	<b>idoc.pub</b> Fuente de Internet	<b>5%</b>
<b>2</b>	<b>es.wikipedia.org</b> Fuente de Internet	<b>2%</b>
<b>3</b>	<b>ri.ues.edu.sv</b> Fuente de Internet	<b>1%</b>
<b>4</b>	<b>hdl.handle.net</b> Fuente de Internet	<b>1%</b>
<b>5</b>	<b>repositorioinstitucional.ufpso.edu.co</b> Fuente de Internet	<b>1%</b>
<b>6</b>	<b>Submitted to Universidad Inca Garcilaso de la Vega</b> Trabajo del estudiante	<b>&lt;1%</b>
<b>7</b>	<b>www.drcalderonlabs.com</b> Fuente de Internet	<b>&lt;1%</b>

[www.dspace.uce.edu.ec](http://www.dspace.uce.edu.ec)

Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

8	Fuente de Internet	<1 %
9	<a href="https://dspace.utpl.edu.ec">dspace.utpl.edu.ec</a> Fuente de Internet	<1 %
10	<a href="http://www.proapac.org">www.proapac.org</a> Fuente de Internet	<1 %
11	<a href="http://vdocuments.mx">vdocuments.mx</a> Fuente de Internet	<1 %
12	<a href="http://repositorio.unprg.edu.pe">repositorio.unprg.edu.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
13	<a href="http://www.docstoc.com">www.docstoc.com</a> Fuente de Internet	<1 %
14	Submitted to Universidad Tecnológica Centroamericana UNITEC Trabajo del estudiante	<1 %
15	Submitted to UNILIBRE Trabajo del estudiante	<1 %
16	<a href="http://archive.org">archive.org</a> Fuente de Internet	<1 %
17	<a href="http://repositorioacademico.upc.edu.pe">repositorioacademico.upc.edu.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
18	Submitted to Universidad Nacional de Educación a Distancia Trabajo del estudiante	<1 %



Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

19	<a href="http://repositorio.unal.edu.co">repositorio.unal.edu.co</a> Fuente de Internet	<1 %
20	<a href="http://rodin.uca.es">rodin.uca.es</a> Fuente de Internet	<1 %
21	<a href="http://www.inm.gov.co">www.inm.gov.co</a> Fuente de Internet	<1 %
22	<a href="http://repositorio.unfv.edu.pe">repositorio.unfv.edu.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
23	<a href="http://riul.unanleon.edu.ni:8080">riul.unanleon.edu.ni:8080</a> Fuente de Internet	<1 %
24	<a href="http://1library.co">1library.co</a> Fuente de Internet	<1 %
25	<a href="http://repositorio.unimagdalena.edu.co">repositorio.unimagdalena.edu.co</a> Fuente de Internet	<1 %
26	Submitted to Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo Trabajo del estudiante	<1 %
27	<a href="http://fdocuments.es">fdocuments.es</a> Fuente de Internet	<1 %
28	<a href="http://repositorio.unan.edu.ni">repositorio.unan.edu.ni</a> Fuente de Internet	<1 %
29	<a href="http://www.cleverism.com">www.cleverism.com</a> Fuente de Internet	<1 %
30	<a href="http://edoc.pub">edoc.pub</a>	



Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

	Fuente de Internet	<1 %
31	<a href="http://www.slideshare.net">www.slideshare.net</a> Fuente de Internet	<1 %
32	<a href="http://minelab.pe">minelab.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
33	<a href="http://doaj.org">doaj.org</a> Fuente de Internet	<1 %
34	<a href="http://dokumen.pub">dokumen.pub</a> Fuente de Internet	<1 %
35	<a href="http://www.clubensayos.com">www.clubensayos.com</a> Fuente de Internet	<1 %
36	<a href="http://www.kasalab.com">www.kasalab.com</a> Fuente de Internet	<1 %
37	Submitted to Universidad Católica de Santa María Trabajo del estudiante	<1 %
38	<a href="http://es.scribd.com">es.scribd.com</a> Fuente de Internet	<1 %
39	<a href="http://vsip.info">vsip.info</a> Fuente de Internet	<1 %
40	Submitted to Universidad Santo Tomas Trabajo del estudiante	<1 %
41	<a href="http://repository.unipiloto.edu.co">repository.unipiloto.edu.co</a> Fuente de Internet	<1 %



Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

		<1 %
42	<a href="http://tr-ex.me">tr-ex.me</a> Fuente de Internet	<1 %
43	Ilaria Frau, Stephen Wylie, Jeff Cullen, Olga Korostynska, Patrick Byrne, Alex Mason. "Chapter 9 Microwaves and Functional Materials: A Novel Method to Continuously Detect Metal Ions in Water", Springer Science and Business Media LLC, 2019 Publicación	<1 %
44	Submitted to Universidad Continental Trabajo del estudiante	<1 %
45	<a href="http://repositorio.ucsm.edu.pe">repositorio.ucsm.edu.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
46	<a href="http://www.inbo-news.org">www.inbo-news.org</a> Fuente de Internet	<1 %
47	ECOCONSULT PERU SAC. "PAMA del Laboratorio Cajamarca de la Empresa SGS del Perú-IGA0012436", R.D. N° 013-2015-PRODUCE/DVMYPE-I/DIGGAM, 2020 Publicación	<1 %
48	<a href="http://historico.santander.gov.co">historico.santander.gov.co</a> Fuente de Internet	<1 %
49	<a href="http://repositorio.itb.edu.ec">repositorio.itb.edu.ec</a> Fuente de Internet	<1 %



Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

50	<a href="http://repositorio.untels.edu.pe">repositorio.untels.edu.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
51	<a href="http://purl.org">purl.org</a> Fuente de Internet	<1 %
52	<a href="http://repositorio.utp.edu.co">repositorio.utp.edu.co</a> Fuente de Internet	<1 %
53	<a href="http://repository.usta.edu.co">repository.usta.edu.co</a> Fuente de Internet	<1 %
54	<a href="http://eur-lex.europa.eu">eur-lex.europa.eu</a> Fuente de Internet	<1 %
55	<a href="http://fs.ogm.utah.gov">fs.ogm.utah.gov</a> Fuente de Internet	<1 %
56	<a href="http://issuu.com">issuu.com</a> Fuente de Internet	<1 %
57	<a href="http://www.unprg.edu.pe">www.unprg.edu.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
58	Submitted to Universidad Técnica Nacional de Costa Rica Trabajo del estudiante	<1 %
59	<a href="http://pt.scribd.com">pt.scribd.com</a> Fuente de Internet	<1 %
60	<a href="http://slideplayer.es">slideplayer.es</a> Fuente de Internet	<1 %
61	<a href="http://www.coursehero.com">www.coursehero.com</a> Fuente de Internet	<1 %



Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

		<1 %
62	<a href="http://www.g4s.com.pe">www.g4s.com.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
63	<a href="http://www.researchgate.net">www.researchgate.net</a> Fuente de Internet	<1 %
64	<a href="http://documentop.com">documentop.com</a> Fuente de Internet	<1 %
65	<a href="http://uza.uz">uza.uz</a> Fuente de Internet	<1 %
66	<a href="http://www.tib.eu">www.tib.eu</a> Fuente de Internet	<1 %
67	<a href="http://repositorio.unac.edu.pe">repositorio.unac.edu.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
68	<a href="http://repositorio.usm.cl">repositorio.usm.cl</a> Fuente de Internet	<1 %
69	<a href="http://www.unizar.es">www.unizar.es</a> Fuente de Internet	<1 %
70	Submitted to Universidad Internacional de la Rioja Trabajo del estudiante	<1 %
71	<a href="http://bookmate.com">bookmate.com</a> Fuente de Internet	<1 %
72	<a href="http://doku.pub">doku.pub</a> Fuente de Internet	



Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

		<1 %
73	<a href="https://dspace.esPOCH.edu.ec">dspace.esPOCH.edu.ec</a> Fuente de Internet	<1 %
74	<a href="https://livrosdeamor.com.br">livrosdeamor.com.br</a> Fuente de Internet	<1 %
75	<a href="https://repositorio.pucesa.edu.ec">repositorio.pucesa.edu.ec</a> Fuente de Internet	<1 %
76	<a href="https://repositorio.upn.edu.pe">repositorio.upn.edu.pe</a> Fuente de Internet	<1 %
77	<a href="https://sedici.unlp.edu.ar">sedici.unlp.edu.ar</a> Fuente de Internet	<1 %
78	<a href="https://spainusa.org">spainusa.org</a> Fuente de Internet	<1 %
79	<a href="https://standards.iteh.ai">standards.iteh.ai</a> Fuente de Internet	<1 %
80	<a href="https://www.emagister.com">www.emagister.com</a> Fuente de Internet	<1 %
81	<a href="https://www.unglobalcompact.org">www.unglobalcompact.org</a> Fuente de Internet	<1 %
82	"Proceedings of the 8th Brazilian Technology Symposium (BTSym'22)", Springer Science and Business Media LLC, 2023 Publicación	<1 %



Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632

---

Excluir citas      Apagado  
Excluir bibliografía      Activo

Excluir coincidencias      Apagado



---

Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632



## Recibo digital

Este recibo confirma que su trabajo ha sido recibido por Turnitin. A continuación podrá ver la información del recibo con respecto a su entrega.

La primera página de tus entregas se muestra abajo.

Autor de la entrega: Yajaira Yosellin Farro Bravo  
Título del ejercicio: Quick Submit  
Título de la entrega: DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD ÓPTIMA DE HGSO4 PARA ...  
Nombre del archivo: INFORME\_FINAL\_Yajaira\_Yosellin\_Farro\_Bravo\_1.docx  
Tamaño del archivo: 5.27M  
Total páginas: 84  
Total de palabras: 16,635  
Total de caracteres: 86,011  
Fecha de entrega: 25-ene.-2024 07:04a. m. (UTC-0500)  
Identificador de la entrega... 2278128730



Derechos de autor 2024 Turnitin. Todos los derechos reservados.

Dra. Tarcila Amelia Cabrera Salazar

D.N.I. 16641632