

VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS FÍSICO-QUÍMICOS PARA CONTROL DE  
CALIDAD DE AGUA POTABLE EN EL LABORATORIO DE UNA EMPRESA DE  
BEBIDAS GASEOSAS

MAIRA ALEJANDRA CAÑON DIAZ  
DANNA VALERIA PÉREZ SICULABA

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.

2019

VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS FÍSICO-QUÍMICOS PARA CONTROL DE  
CALIDAD DE AGUA POTABLE EN EL LABORATORIO DE UNA EMPRESA DE  
BEBIDAS GASEOSAS

MAIRA ALEJANDRA CAÑON DIAZ  
DANNA VALERIA PÉREZ SICULABA

Proyecto integral de grado para optar por el título de:  
INGENIERO QUÍMICO

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.

2019

Nota de aceptación

---

---

---

---

---

---

---

---

Diego Rubio Fernández

---

Diana Marcela Cuesta Parra

Bogotá, D.C. Agosto del 2019

## DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD DE AMÉRICA

Presidente Institucional y Rector del Claustro

Dr. Mario Posada García-Peña

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos.

Dr. Luis Jaime Posada García-Peña

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. Ana Josefa Herrera Vargas

Decano Facultad de Ingeniería

Dr. Julio Cesar Fuentes Arismendi

Director Programa de Ingeniería Química

Ing. Leonardo de Jesús Herrera Gutiérrez

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

## **DEDICATORIA**

A mis padres, por su esfuerzo, sacrificio y dedicación para forjarme como la persona y profesional que hoy soy, gracias por su amor y apoyo incondicional en cada etapa de mi vida.

A mi tío, por ser mi guía y mi maestro, y por ser el ejemplo más grande de perseverancia y constancia. En donde estés, este logro es para ti.

*Maira Alejandra Cañón Díaz*

A mis padres, por su amor, trabajo y sacrificio en todos estos años, gracias a ustedes he logrado llegar hasta aquí y convertirme en lo que soy.

A mi hermano, por estar siempre presente, acompañándome y brindando apoyo moral e intelectual en esta etapa de mi vida.

*Danna Valeria Pérez Siculaba*

## **AGRADECIMIENTOS**

Por la colaboración que nos brindaron durante nuestra formación académica, expresamos nuestros más sinceros agradecimientos a:

Ingeniera Elizabeth Torres, Microbióloga Sandra Oicata y Química de Alimentos Nancy Castellanos, quienes con sus invaluable aportes hicieron posible el éxito de este proyecto.

Finalmente, y no menos importante, a nuestros padres, por su apoyo incondicional en todo este proceso, a los docentes de la Universidad de América por sus conocimientos y enseñanzas, y al personal de la empresa Coca-Cola FEMSA por su colaboración y disposición.

*Maira Alejandra Cañón Díaz y Danna Valeria Pérez Siculaba.*

## CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	21
OBJETIVOS	22
1. GENERALIDADES	23
1.1 CARACTERIZACIÓN DE AGUA	23
1.1.1 Agua potable	23
1.1.2 Agua de tipo analítico	23
1.1.2.1 Clasificación del agua tipo analítico según ASTM 1193: 2001	23
1.2 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS	24
1.2.1 Tipos de validación	24
1.2.1.1 Validación retrospectiva	24
1.2.1.2 Validación concurrente	24
1.2.1.3 Validación prospectiva	24
1.2.2 Tipos de métodos físico-químicos	24
1.2.2.1 Métodos normalizados	25
1.2.2.2 Métodos no normalizados	25
1.2.2.3 Métodos desarrollados por el laboratorio	25
2. DIAGNÓSTICO	26
2.1 CONDICIÓN FÍSICA DE LAS INSTALACIONES DEL LABORATORIO	26
2.1.1 Instalaciones físicas del laboratorio	26
2.2 SITUACIÓN ACTUAL DE LAS METODOLOGÍAS DE ANÁLISIS	26
2.3 REQUISITOS NO CONFORMES DE LA NORMA NTC-ISO/IEC 17025:2017 EN EL LABORATORIO	29
2.3.1 Instalaciones y condiciones ambientales	29
2.3.2 Personal	29
2.3.3 Equipos	30
2.3.4 Validación de los resultados	30
2.4 REQUISITOS CONFORMES DE LA NORMA NTC-ISO/IEC 17025:2017 EN EL LABORATORIO	31
2.4.1 Acciones correctivas y preventivas	31
2.5 ESTUDIO DE LAS DEBILIDADES Y FORTALEZAS DEL LABORATORIO	31
3. ACCIONES CORRECTIVAS Y PREVENTIVAS	33
3.1 PLAN DE CAPACITACIÓN	34



3.1.1	Temas de capacitación	34
3.1.2	Acciones a desarrollar	35
3.1.3	Métodos	35
3.2	PLAN DE MEJORA	35
4.	METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN	36
4.1	REACTIVOS	36
4.2	MATERIALES	37
4.3	EQUIPOS	38
4.4	VERIFICACIÓN DEL MÉTODO	39
4.5	ESTANDARIZACIÓN DE LAS SOLUCIONES	40
4.6	MÉTODOS FÍSICO-QUÍMICOS	46
4.6.1	Alcalinidad	46
4.6.2	Conductividad	48
4.6.3	Dureza	49
4.6.4	pH	50
4.6.5	Sólidos totales disueltos	51
4.6.6	Turbiedad	52
4.7	PREPARACIÓN DE MUESTRAS	52
4.7.1	Alcalinidad y Dureza	53
4.7.2	Conductividad y Sólidos Disueltos Totales	53
4.7.3	pH	54
4.7.4	Turbiedad	54
4.8	PARÁMETROS ESTADÍSTICOS DE VALIDACIÓN	58
4.8.1	Intervalo de trabajo y sensibilidad	59
4.8.2	Límite de detección (LD) y cuantificación (LQ)	60
4.8.3	Precisión	61
4.8.3.1	Repetibilidad	61
4.8.3.2	Reproducibilidad	61
4.8.4	Exactitud	62
5.	DESARROLLO DE LA VALIDACIÓN	64
5.1	ALCALINIDAD	64
5.1.1	Linealidad y Sensibilidad	64
5.1.2	Límite de Detección y Cuantificación	65
5.1.3	Precisión	65
5.1.4	Exactitud	67
5.2	CONDUCTIVIDAD	69
5.2.1	Linealidad y Sensibilidad	69
5.2.2	Precisión	70
5.2.3	Exactitud.	72
5.3	DUREZA	73
5.3.1	Linealidad y Sensibilidad	74

5.3.2	Límite de detección y cuantificación	74
5.3.3	Precisión	75
5.3.4	Exactitud	77
5.4	PH	79
5.4.1	Linealidad y Sensibilidad	79
5.4.2	Precisión	80
5.4.3	Exactitud	81
5.5	SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS (TDS)	83
5.5.1	Linealidad y Sensibilidad	83
5.5.2	Precisión	84
5.5.3	Exactitud	86
5.6	TURBIEDAD	88
5.6.1	Linealidad y Sensibilidad	88
5.6.2	Precisión	88
5.6.3	Exactitud	90
6.	DOCUMENTACIÓN DEL PROCESO DE VALIDACIÓN	93
6.1	PROTOCOLOS DE VALIDACIÓN	93
6.2	INFORMES	93
7.	CONCLUSIONES	94
8.	RECOMENDACIONES	97
	BIBLIOGRAFÍA	98
	ANEXOS	101

## LISTA DE CUADROS

	pág.
Cuadro 1. Lista de verificación cumplimiento numerales 6 y 7 de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017	27
Cuadro 2. Fortalezas y debilidades del laboratorio de planta de aguas	31
Cuadro 3. Acciones correctivas y preventivas	33
Cuadro 4. Reactivos empleados en los análisis físico-químicos	36
Cuadro 5. Materiales empleados en los análisis físico-químicos	38
Cuadro 6. Equipos empleados en los análisis físico-químicos	39
Cuadro 7. Documentos para estandarización de métodos	40
Cuadro 8. Conductividad y TDS patrones de referencia	54
Cuadro 9. Parámetros de validación para análisis físico-químicos	59
Cuadro 10. Convenciones parámetros de validación	59
Cuadro 11. Criterios de aceptación del coeficiente de variación	62
Cuadro 12. Criterios de aceptación reproducibilidad	62

## LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Resultados análisis de la curva de calibración (Alcalinidad)	65
Tabla 2. Resultados límites (Alcalinidad)	65
Tabla 3. Resultados evaluación estadística repetibilidad (Alcalinidad)	66
Tabla 4. Prueba contraste F (Alcalinidad)	67
Tabla 5. Intervalo de confianza (Alcalinidad)	68
Tabla 6. Error relativo (Alcalinidad)	68
Tabla 7. Resultados análisis de la curva de calibración (Conductividad)	70
Tabla 8. Resultados evaluación estadística repetibilidad (Conductividad)	71
Tabla 9. Prueba contraste F (Conductividad)	71
Tabla 10. Intervalo de confianza (Conductividad)	72
Tabla 11. Error relativo (Conductividad)	73
Tabla 12. Resultados análisis de la curva de calibración (Dureza)	74
Tabla 13. Resultados límites (Dureza)	75
Tabla 14. Resultados evaluación estadística repetibilidad (Dureza)	75
Tabla 15. Prueba contraste F (Dureza)	76
Tabla 16. Intervalo de confianza (Dureza)	77
Tabla 17. Error relativo (Dureza)	78
Tabla 18. Resultados análisis de la curva de calibración (pH)	80
Tabla 19. Resultados evaluación estadística repetibilidad (pH)	80
Tabla 20. Prueba contraste F (pH)	81
Tabla 21. Intervalo de confianza (pH)	82
Tabla 22. Error relativo (pH)	82
Tabla 23. Resultados análisis de la curva de calibración (TDS)	84
Tabla 24. Resultados evaluación estadística repetibilidad (TDS)	85
Tabla 25. Prueba contraste F (TDS)	86
Tabla 26. Intervalo de confianza (TDS)	86
Tabla 27. Error relativo (TDS)	87
Tabla 28. Resultados evaluación estadística (Turbiedad)	89
Tabla 29. Prueba contraste F (Turbiedad)	90
Tabla 30. Intervalo de confianza (Turbiedad)	91
Tabla 31. Error relativo (Turbiedad)	91
Tabla 32. Resultados instrumentales (Alcalinidad)	108
Tabla 33. Resultados instrumentales (Conductividad)	108
Tabla 34. Resultados instrumentales (Dureza)	109
Tabla 35. Resultados instrumentales (pH)	109
Tabla 36. Resultados instrumentales (TDS)	110
Tabla 37. Resultados instrumentales (Turbiedad)	110
Tabla 38. Resultados instrumentales Analista 1 (Alcalinidad)	111
Tabla 39. Resultados instrumentales Analista 2 (Alcalinidad)	111
Tabla 40. Resultados instrumentales Analista 3 (Alcalinidad)	111
Tabla 41. Resultados instrumentales Analista 1 (Conductividad)	111

Tabla 42. Resultados instrumentales Analista 2 (Conductividad)	112
Tabla 43. Resultados instrumentales Analista 3 (Conductividad)	112
Tabla 44. Resultados instrumentales Analista 1 (Dureza)	112
Tabla 45. Resultados instrumentales Analista 2 (Dureza)	112
Tabla 46. Resultados instrumentales Analista 3 (Dureza)	113
Tabla 47. Resultados instrumentales Analista 1 (pH)	113
Tabla 48. Resultados instrumentales Analista 2 (pH)	113
Tabla 49. Resultados instrumentales Analista 3 (pH)	113
Tabla 50. Resultados instrumentales Analista 1 (TDS)	114
Tabla 51. Resultados instrumentales Analista 2 (TDS)	114
Tabla 52. Resultados instrumentales Analista 3 (TDS)	114
Tabla 53. Resultados instrumentales Analista 1 (Turbiedad)	114
Tabla 54. Resultados instrumentales Analista 2 (Turbiedad)	115
Tabla 55. Resultados instrumentales Analista 3 (Turbiedad)	115
Tabla 56. Análisis de varianza (Alcalinidad)	116
Tabla 57. Análisis de varianza (Conductividad)	116
Tabla 58. Análisis de varianza (Dureza)	116
Tabla 59. Análisis de varianza (pH)	116
Tabla 60. Análisis de varianza (TDS)	117
Tabla 61. Análisis de varianza (Turbiedad)	117

## LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Curva de calibración (Alcalinidad)	64
Gráfica 2. Repetibilidad (Alcalinidad)	66
Gráfica 3. Reproducibilidad (Alcalinidad)	67
Gráfica 4. Error Relativo (Alcalinidad)	69
Gráfica 5. Curva de calibración (Conductividad)	70
Gráfica 6. Repetibilidad (Conductividad)	71
Gráfica 7. Reproducibilidad (Conductividad)	72
Gráfica 8. Exactitud (Conductividad)	73
Gráfica 9. Curva de calibración (Dureza)	74
Gráfica 10. Repetibilidad (Dureza)	76
Gráfica 11. Reproducibilidad (Dureza)	77
Gráfica 12. Exactitud (Dureza)	78
Gráfica 13. Curva de calibración (pH)	79
Gráfica 14. Repetibilidad (pH)	80
Gráfica 15. Reproducibilidad (pH)	81
Gráfica 16. Exactitud (pH)	83
Gráfica 17. Curva de calibración (TDS)	84
Gráfica 18. Repetibilidad (TDS)	85
Gráfica 19. Reproducibilidad (TDS)	86
Gráfica 20. Exactitud (TDS)	87
Gráfica 21. Curva de calibración (Turbiedad)	88
Gráfica 22. Repetibilidad (Turbiedad)	89
Gráfica 23. Reproducibilidad (Turbiedad)	90
Gráfica 24. Exactitud (Turbiedad)	92

## LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Plan de mejora	35
Figura 2. Solución de Ácido Sulfúrico 0,02N (Alcalinidad)	41
Figura 3. Naranja de Metilo (Alcalinidad)	42
Figura 4. Tiosulfato de Sodio 0,1N (Alcalinidad)	43
Figura 5. Solución EDTA 0,01M (Dureza)	44
Figura 6. Negro de Eriocromo T (Dureza)	45
Figura 7. Solución Buffer (Dureza)	46
Figura 8. Determinación de Alcalinidad	47
Figura 9. Determinación de Conductividad	48
Figura 10. Determinación de Dureza	49
Figura 11. Determinación de pH	50
Figura 12. Determinación de Sólidos Totales Disueltos	51
Figura 13. Determinación de Turbiedad	52
Figura 14. Procedimiento preparación soluciones de Carbonato de Calcio (Alcalinidad)	55
Figura 15. Procedimiento preparación soluciones de Carbonato de Calcio (Dureza)	56
Figura 16. Procedimiento preparación soluciones KCl (Conductividad y TDS)	57
Figura 17. Procedimiento preparación soluciones KCl (Conductividad y TDS)	58

## LISTA DE ECUACIONES

	pág.
Ecuación 1. Determinación de masa para solución madre	53
Ecuación 2. Conversión mg a g	53
Ecuación 3. Cálculo de cantidad de masa teniendo en cuenta la pureza del reactivo	53
Ecuación 4. Pendiente de la recta	59
Ecuación 5. Ordenada de origen de la recta	59
Ecuación 6. Coeficiente de correlación	60
Ecuación 7. Estadístico t para el coeficiente de correlación	60
Ecuación 8. Límite de detección	61
Ecuación 9. Límite de cuantificación	61
Ecuación 10. Desviación estándar	61
Ecuación 11. Coeficiente de variación	61
Ecuación 12. Intervalo de confianza	63
Ecuación 13. Error relativo	63



## LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. Evaluaciones plan de capacitación	102
Anexo B. Resultados evaluaciones plan de capacitación	107
Anexo C. Resultados instrumentales	108
Anexo D. Resultados instrumentales reproducibilidad	111
Anexo E. Resultados ANOVA	116
Anexo F. Protocolos de validación	118

## GLOSARIO

**ALCALINIDAD:** hace referencia a la capacidad de neutralizar ácidos y es la suma de todas las bases titulables.

**ALICUOTA:** Parte que se toma de un volumen o de una masa inicial, para ser usada en una prueba de laboratorio, cuyas propiedades físicas y químicas, así como su composición, representan las de la sustancia original.<sup>1</sup>

**ANALITO:** especie química de interés la cual va a ser analizada.

**BLANCO ANALÍTICO:** muestra que contiene todos los componentes a excepción del analito.

**CONDUCTIVIDAD:** capacidad de una solución acuosa para conducir corriente eléctrica.<sup>2</sup>

**DUREZA:** propiedad del agua que se basa en la capacidad de hacer reaccionar los iones de calcio y magnesio presentes en una muestra.

**pH:** medida del nivel de intensidad de la acidez o alcalinidad de una solución. Esta expresa la actividad del ion hidrogeno.

**PROTOCOLO DE VALIDACIÓN:** conjunto de instrucciones que describen el procedimiento para llevar a cabo la validación que asegure el cumplimiento de los criterios previamente establecidos.

**PURGAR:** Enjuagar previamente el material de laboratorio con la muestra a analizar.

**SÓLIDOS DISUELTOS TOTALES:** suma de los minerales, sales, aniones o cationes presentes en el agua.

**TURBIEDAD:** expresión de la propiedad óptica de una solución que causa que los rayos de luz sean dispersados y absorbidos en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de una muestra.<sup>3</sup>

**VALIDACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO:** verificación de que los requisitos previamente establecidos cuentan con las capacidades para las aplicaciones analíticas deseadas.

---

<sup>1</sup> ANONIMO. Glosario Química Analítica. [En línea]. [Consultado en 3/06/2019]. Disponible en: <https://glosarios.servidor-alicante.com/quimica-analitica/alicuota>

<sup>2</sup> INSTITUTO NACIONAL DE SALUD. Manual de métodos fisicoquímicos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. 2011. [En Línea]. [Consultado el 07/02/2019]. Disponible en: <https://www.ins.gov.co/sivicap/Documentacin%20SIVICAP/2011%20Manual%20análisis%20fisico%20quimico%20aguas.pdf>

<sup>3</sup> Ibíd., p.48.

## RESUMEN

La empresa productora de bebidas gaseosas requiere el uso de agua potable para el desarrollo de sus productos, por lo cual cuenta con un laboratorio de calidad de agua, donde mediante técnicas analíticas determina los parámetros de Alcalinidad, Conductividad, Dureza, pH, Sólidos Totales Disueltos y Turbiedad.

Dicho lo anterior, se validaron los métodos físico-químicos a partir del análisis estadístico de la linealidad, límites de detección y cuantificación, precisión y exactitud.

Los resultados obtenidos garantizaron la validez de los métodos debido a que la linealidad fue mayor a 0,99, la precisión en condiciones de repetibilidad fue menor al 7% y el factor de Fisher fue menor al teórico aplicando factores de reproducibilidad y para la exactitud fueron reportados valores menores al 15%.

**Palabras clave:** AGUA POTABLE, NORMA ISO 17025:2017, VALIDACIÓN PROSPECTIVA.

## ABSTRACT

The company that produces soft drinks requires the use of drinking water for the development of its products, which is why it has a water quality laboratory, where through analytical techniques it determines the parameters of Alkalinity, Conductivity, Hardness, pH, Total Dissolved Solids and Turbidity.

That said, the physical-chemical methods were validated from the statistical analysis of linearity, limits of detection and quantification, precision and accuracy.

The results obtained guaranteed the validity of the methods because the linearity was greater than 0.99, the accuracy in repeatability conditions was less than 7% and the Fisher factor was lower than the theoretical one by applying reproducibility factors and for accuracy they were reported values less than 15%.

**Key words:** DRINKING WATER, ISO 17025:2017 STANDARD, PROSPECTIVE VALIDATION.

## INTRODUCCIÓN

La empresa de bebidas gaseosas cuenta con un laboratorio de análisis de agua potable, el cual se encarga de realizar los ensayos físico-químicos para el monitoreo y control de calidad del agua, ya que al ser la materia prima principal de los productos, es de gran importancia mantener en ella los más altos estándares de calidad, los cuales deben poder ser verificados mediante técnicas analíticas estandarizadas y adecuadas para cada parámetro.

Entre las actividades realizadas por el laboratorio de control de calidad de agua potable, se encuentra la determinación de los parámetros de alcalinidad, conductividad, dureza, pH, sólidos totales disueltos y turbiedad, los cuales se realizan con base en los instructivos y manuales establecidos por la norma interna de la empresa. Sin embargo, la compañía busca alinear sus procedimientos a los requisitos establecidos en la norma ISO 17025:2017 con el objetivo de poder llevar a cabo pruebas analíticas confiables que puedan ser consultadas y verificadas por el personal de la empresa o personas externas que soliciten el apoyo técnico del mismo.

Para llevar a cabo una correcta validación, es necesario diagnosticar los métodos de ensayo e identificar las fuentes de variabilidad que puedan afectar el proceso de medición y muestreo mediante la aplicación de las respectivas acciones correctivas y métodos estadísticos que permitan analizar los resultados obtenidos. Es por esto por lo que el proyecto se enfoca en diseñar y ejecutar un plan de validación completo, que permita obtener resultados precisos en cada una de sus fases, facilitando el análisis de los mismos y contribuyendo al éxito del proyecto.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Validar los métodos físico-químicos para control de calidad de agua potable en el laboratorio de una empresa de bebidas gaseosas con fines de acreditación ISO 17025:2017.

### **OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- Diagnosticar el estado actual del laboratorio y de los métodos físico-químicos de control de calidad de agua potable.
- Establecer las acciones correctivas y preventivas con base en el diagnóstico y en la normativa internacional.
- Determinar los parámetros de validación de los análisis físico-químicos realizados en el laboratorio.
- Generar la documentación del proceso de validación de los análisis físico-químicos de agua potable.

## 1. GENERALIDADES

Con el objetivo de dar un panorama acerca de los lineamientos tomados en cuenta para el desarrollo del presente trabajo, en este capítulo se presenta una introducción a la caracterización de agua y se detallan aspectos relevantes de la validación como eje central del proyecto.

### 1.1 CARACTERIZACIÓN DE AGUA

La caracterización de agua puede ser llevada a cabo mediante la aplicación de análisis físico-químicos, permitiendo de esta manera clasificarla según el uso o aplicación para la cual será destinada.

**1.1.1 Agua potable.** Por definición, es considerada agua potable aquella que es adecuada para el consumo humano y para todo uso doméstico habitual, incluyendo la higiene personal<sup>4</sup>. Es por esto, que se hace necesario conocer las propiedades físicas y químicas que son evaluadas en el laboratorio con el fin de determinar la calidad y posterior uso del agua.

**1.1.2 Agua de tipo analítico.** La calidad del agua utilizada en un laboratorio de análisis físico-químico puede ser determinada con base en diferentes normas. Actualmente, ASTM<sup>5</sup> es la institución más reconocida y que se dedica específicamente al establecimiento de estándares para la calidad del agua<sup>6</sup>

#### 1.1.2.1 Clasificación del agua tipo analítico según ASTM 1193: 2001.

➤ Tipo I. Usada para procedimientos que requieren de máxima exactitud y precisión; este tipo de agua debe seleccionarse siempre que en la prueba sea esencial un nivel mínimo de componentes ionizados o cuando se preparan soluciones para análisis de rastreo de metales.

➤ Tipo II. Recomendada para la mayoría de las pruebas analíticas y generales de laboratorio, así como para métodos químicos en los que específicamente no se indique o se haya comprobado que requieren agua de calidad Tipo I. La ASTM especifica que el agua Tipo II sea preparada por destilación y como factor importante recomienda que esté siempre libre de impurezas orgánicas.

---

<sup>4</sup> ORGANIZACIÓN PANAMERICANA DE LA SALUD. Guías para la calidad del agua potable. Washington D.C.: OMS, 1985. Vol 3. p. 11.

<sup>5</sup> American Society for Testing and Materials

<sup>6</sup>HYDRO TECNOLOGIA Y SOLUCIONES S.A de C.V, Pureza de agua para Laboratorios, HPLC, Hemodiálisis y CEYE. [En línea]. [Consultado el 13/12/2018]. Disponible en: <http://www.elhospital.com/temas/Pureza-de-agua-paraLaboratorios,-HPLC,-Hemodialisis-y-CEYE+104660>

- Tipo III. Satisfactoria para algunas pruebas generales de laboratorio; para la mayoría de los análisis cualitativos, para el enjuague de muestras analíticas; preparación de soluciones de referencia; y para el lavado o enjuague de cristalería (el enjuague final de la cristalería debe hacerse con el tipo de agua especificado para el procedimiento realizado).
- Tipo IV. Agua con una conductividad final máxima de 5,0  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Sirve para la preparación de soluciones y para el lavado o enjuague de cristalería<sup>7</sup>

## 1.2 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS

La validación de métodos analíticos se encarga de garantizar resultados confiables y reproducibles, y demostrar que los procedimientos son aptos para el propósito al cual se desean ajustar; esto es posible mediante la realización de pruebas normalizadas donde se conocen las características analíticas de la validación.

**1.2.1 Tipos de validación.** Actualmente existen tres opciones para llevar a cabo la validación de métodos, las cuales se explican a continuación.

**1.2.1.1 Validación retrospectiva.** Estudio para demostrar y establecer una evidencia documentada de que un proceso hace lo que estaba previsto sobre la base de una revisión y análisis de información histórica.

**1.2.1.2 Validación concurrente.** Estudio para demostrar y establecer evidencia documentada de que un proceso hace lo que debe hacer basado en información generada durante una implementación real del proceso. También se le denomina revalidación.

**1.2.1.3 Validación prospectiva.** Estudio para demostrar y establecer una evidencia documentada de que un proceso hace lo que está previsto basado en un protocolo planificado.<sup>8</sup>

**1.2.2 Tipos de métodos físico-químicos.** Estos métodos pueden ser clasificados en tres grandes grupos, los métodos normalizados, no normalizados y los desarrollados por el laboratorio, a continuación se explica cada uno de ellos.

---

<sup>7</sup> ALDIVIA MEDINA, RODES YANET, PEDRO VALDÉS, SANDRA, LAUREL GÓMEZ, MAYLIN, agua para uso en laboratorios. [En línea]. [Consultado el 13/12/2018]. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223017807002>

<sup>8</sup>GARCIA, Encarnación. Optimización, validación y modelización de un proceso de fabricación de comprimidos. Desarrollo de una aplicación interactiva multimedia. 2001. [En línea]. [Consultado el 15/12/2018]. Disponible en: <https://www.tesisenred.net/bitstream/handle/10803/1608/TOL82A.pdf>



**1.2.2.1 Métodos normalizados.** Método analítico desarrollado por un organismo de normalización y otro organismo reconocido cuyos métodos son generalmente aceptados por el sector técnico correspondiente.

**1.2.2.2 Métodos no normalizados.** Método analítico desarrollado por un tercero o que ha sido adaptado por el laboratorio a partir de un método normalizado.

**1.2.2.3 Métodos desarrollados por el laboratorio.** Método analítico que no se encuentra en normas u otras colecciones de métodos, ni en publicaciones de terceros, habiendo sido desarrollado por el propio laboratorio.<sup>9</sup>

---

<sup>9</sup> INVIMA. Validación de Técnicas Analíticas. 2015. [En línea]. [Consultado el 15/12/2018]. Disponible en: <https://www.invima.gov.co/images/pdf/intranet/s-medicamentos-y-productos/Memorias%20virtuales%20de%20nuestros%20objetivo/VALIDACION%20DE%20TECNICAS%20ANALITICAS.pdf>

## 2. DIAGNÓSTICO

En el siguiente capítulo se presenta el estado actual en que se encuentra el laboratorio frente a la norma de calidad NTC-ISO/IEC 17025:2017 haciendo énfasis en los numerales 6 y 7, referentes a los requerimientos de proceso y recursos respectivamente, mediante la realización de una lista de verificación tomando como base fundamental los requerimientos de establecidos por el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC).

Por otro lado, la revisión de los métodos físico-químicos para el control de calidad del agua se realiza a partir de la comparación de la metodología interna establecida por la compañía y la aplicación del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Así mismo, se evalúan las características que puedan afectar significativamente los resultados obtenidos como condiciones ambientales, reactivos, equipos y materiales.

### 2.1 CONDICIÓN FÍSICA DE LAS INSTALACIONES DEL LABORATORIO

Con el objetivo de explicar detalladamente la condición del laboratorio, se presenta a continuación una breve explicación la cual permite evidenciar el estado actual del laboratorio de análisis de aguas.

**2.1.1 Instalaciones físicas del laboratorio.** El laboratorio se localiza dentro de la planta de tratamiento de agua de proceso, este espacio se encuentra provisto de las condiciones medioambientales establecidas en la norma ISO 17025:2017, adicionalmente, cumple con los requisitos de seguridad necesarios para el correcto desempeño de las actividades, debido a que no se producen perturbaciones por ruido o vibraciones que puedan afectar directa o indirectamente el valor de los resultados, la calibración de los equipos o al personal autorizado.

A groso modo, la estructura de las instalaciones se caracterizan por estar construidas de mesones, muros, techos y puertas de materiales suaves, no porosos y de fácil limpieza, así mismo las superficies de trabajo son de materiales resistentes a los solventes acido-base. Además, cuentan con sistemas de luz adecuados y lugares de almacenamiento para las sustancias químicas y artículos de vidrio. Adicionalmente tiene un sistema de ventilación el cual le proporciona al laboratorio un acondicionamiento térmico y la renovación de aire para la evacuación de contaminantes, los cuales pueden ser generados por emanaciones humanas o por los métodos físico-químicos realizados.

### 2.2 SITUACIÓN ACTUAL DE LAS METODOLOGÍAS DE ANÁLISIS

El objetivo de la validación es garantizar la fiabilidad de los métodos realizados para el análisis de caracterización de agua y los resultados obtenidos por el

laboratorio, por tal razón es fundamental asegurar que los requisitos relativos a los recursos y de proceso cumplan con las especificaciones de los estándares de calidad establecidos por la compañía y las normas internacionales.

La calificación de los requerimientos se ejecuta teniendo en cuenta la información proporcionada por el personal directivo y técnico, la revisión del laboratorio y las prácticas realizadas en el mismo.

Durante este procedimiento, inicialmente se lleva a cabo una fase de observación y reconocimiento de las instalaciones y metodologías a evaluar; simultáneamente se realiza la revisión de instructivos, protocolos y técnicas establecidas por la compañía con el objetivo de comparar e identificar diferencias significativas entre la documentación y la práctica.

En el Cuadro 1, se muestran los requerimientos evaluados para la realización de la validación, los cuales abarcan las características del personal, instalaciones y condiciones ambientales propias del laboratorio, así como la manipulación de los equipos, y la selección y verificación de los métodos de ensayo.

Cuadro 1. Lista de verificación cumplimiento numerales 6 y 7 de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017.

Requerimientos	Cumple	No cumple
<b>Personal</b>		
El personal es calificado sobre la base de educación, capacitación, experiencias apropiadas y aptitudes demostradas		X
Existe evidencia de que la dirección del laboratorio asegura la competencia del personal	X	
Están estipulados los deberes, responsabilidades y autoridades del personal	X	
Existen registros de evaluación de la competencia del personal técnico	X	
Se cuenta con políticas y procedimientos para establecer las necesidades de formación del personal y un programa de capacitación	X	
<b>Instalaciones y condiciones ambientales</b>		
Están documentados los requisitos técnicos de las instalaciones y condiciones ambientales con base a los ensayos realizados	X	
Son adecuadas las instalaciones y condiciones ambientales del laboratorio al tipo de ensayo y volumen de trabajo ejecutado	X	
Se realiza seguimiento, registro y control de las condiciones ambientales		X
Existe separación eficaz de las áreas cercanas incompatibles. Se toman medidas para prevenir la contaminación cruzada	X	
Existen documentos que establezcan los requisitos relativos a condiciones ambientales y espacio En caso de muestreos o ensayos fuera de las instalaciones del laboratorio.	X	

Cuadro 1. (Continuación)

<b>Equipos</b>		
Cuenta con los equipos y materiales necesarios para la ejecución del muestreo, preparación de ensayos, procesamiento y análisis de datos de los ensayos	X	
Se dispone de procedimientos para los equipos de medición que permitan garantizar el correcto funcionamiento y la prevención de la contaminación o deterioro		X
Los equipos cumplen con los requisitos	X	
Los equipos y software utilizados alcanzan la exactitud requerida por los métodos de ensayo y cumplen con las especificaciones técnicas	X	
Cuenta con un programa de calibración	X	
Están identificados correctamente cada uno de los equipos	X	
Están establecidos los registros de cada componente del equipamiento utilizado	X	
Está definido el procedimiento a seguir en caso de detectarse equipos dañados y/o defectuosos	X	
<b>Selección, Verificación y Validación de Métodos de caracterización de Agua Potable</b>		
Está definido el procedimiento para llevar a cabo la validación de los métodos de ensayo		X
Se mantienen actualizados y están disponibles al personal los procedimientos y documentación de respaldo de los métodos de ensayo		X
Se verifican los métodos antes de introducirlos al laboratorio	X	
Las desviaciones de los métodos son documentadas y autorizadas		X
Se conservan registros de todas las actividades de validación realizadas		X
Están documentados los rendimientos de los métodos validados		X
Existe registro de las validaciones cuando se realizan cambios en los métodos		X
<b>Validación de Resultados</b>		
Se cuenta con un procedimiento para monitorear la validez de los resultados		X
El laboratorio monitorea su desempeño en comparación con los resultados de otros laboratorios		X
<b>Acciones Correctivas</b>		
Están establecidas políticas y procedimientos para la implementación de acciones correctivas	X	
El procedimiento de acciones correctivas inicia con una investigación para determinar la o las causas raíz del problema	X	
Se documentan los cambios necesarios que resultes de las investigaciones de las acciones correctivas	X	
Se identifican las mejoras necesarias y las potenciales fuentes de no conformidades	X	

Cuadro 1. (Continuación)

Acciones Correctivas		
Se realiza el seguimiento de planes de acción, a fin de reducir la probabilidad de ocurrencia de las no conformidades	X	
Se tienen definidos procedimientos para la aplicación de las acciones preventivas	X	

Fuente: elaboración propia, basado en INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. ISO/IEC 17025. Bogotá: ICONTEC, 2017.

Con la información proporcionada anteriormente se procede a explicar los puntos evaluados con base en los requisitos establecidos por la NTC-ISO/IEC 17025:2017 y el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC).

### 2.3 REQUISITOS NO CONFORMES DE LA NORMA NTC-ISO/IEC 17025:2017 EN EL LABORATORIO

Teniendo en cuenta la calificación realizada anteriormente se procede a identificar y explicar aquellos factores que no permiten el total cumplimiento de estos requerimientos y que afectan directamente la realización de los análisis.

#### 2.3.1 Instalaciones y condiciones ambientales.

- Al ser evaluadas las condiciones ambientales se evidencia una no conformidad debido a que en el laboratorio no se tiene un control de las condiciones termo higrométricas propias de las actividades realizadas, las cuales afectan los resultados obtenidos, debido a que la exactitud de estos está influenciada por magnitudes externas como la temperatura y los gradientes térmicos temporales.
- En cuanto a las instalaciones en el laboratorio se evidencian espacios reducidos y desaprovechados debido a la presencia de equipos que no se encuentran en uso y se deben realizar adecuaciones en la iluminación a causa de que se presentan fallas en la zona de realización de los análisis, ya que esto puede llegar a afectar la visibilidad del personal encargado al momento de la ejecución.

**2.3.2 Personal.** El laboratorio cuenta con personal calificado sobre la base de educación, capacitación, experiencias apropiadas y aptitudes demostradas<sup>10</sup> para realizar las actividades propias para el control de calidad del agua, sin embargo se presentan inconformidades en la ejecución de las pruebas con respecto a los

<sup>10</sup>INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos generales para las competencias de los laboratorios de prueba y calibración. Norma ISO 17025:2017. Bogotá D.C.

instructivos previamente establecidos por la compañía. Cabe resaltar, que a partir de este diagnóstico se identifica la oportunidad de alinear estas metodologías a la normativa internacional, por lo cual se considera necesario llevar a cabo capacitaciones al personal acerca de los procedimientos establecidos.

**2.3.3 Equipos.** En cuanto a los equipos se encuentra que se debe realizar un seguimiento a aquellos que presentan poca exactitud en los resultados, debido que no se cumple con los requerimientos que evalúan la capacidad de los equipos para alcanzar las especificaciones técnicas descritas. También es posible evidenciar que los recipientes e instrumentos del laboratorio presentan impurezas tras ser limpiadas con materiales no correspondientes para el cuidado. Sin embargo, la exactitud de los materiales utilizados cumple con las especificaciones y las frecuencias de calibración necesarias para garantizar la veracidad de los resultados.

**2.3.4 Validación de los resultados.** La validación de los resultados lleva consigo una revisión de la preparación y análisis de las pruebas de control de calidad bajo los estándares establecidos por la compañía y las normas internacionales. El cumplimiento de este ítem demuestra que el laboratorio es técnicamente competente y que los resultados poseen una alta confiabilidad, sin embargo, con el objetivo de contribuir a los procesos de mejora continua de la compañía, el laboratorio busca acogerse a los requerimientos de normas internacionales, lo que se refleja en llevar a cabo validaciones periódicas, documentadas y con un alto nivel de exigencia a los análisis físico-químicos realizados en el mismo; una vez dicho esto, se lleva a cabo el proceso de validación a aquellos métodos que afectan de manera significativa la calidad del agua mediante el uso de patrones de referencia, comparaciones entre los resultados y un análisis de los factores que generan impacto sobre los mismos. Por otro lado, es importante resaltar que los instructivos correspondientes a los métodos de ensayo presentan una oportunidad de mejora ya que su estructura es exhaustiva y muy ramificada, lo cual tiende a complicar el entendimiento de los mismos por parte del personal.

**2.3.5 Metodologías de análisis.** Una vez han sido comparados los instructivos establecidos por la compañía frente a las normas internacionales, se encuentran diferencias significativas en la ejecución de los análisis, entre las cuales es posible identificar variación en los reactivos a utilizar, discrepancias en las condiciones de la muestra como temperatura, tiempo de análisis después del muestreo e inconformidades respecto a las condiciones ambientales requeridas para la ejecución del análisis. A raíz de la evaluación y comparación realizada, se identifica la oportunidad de estandarizar las metodologías de la empresa, alineándolas a los parámetros establecidos en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

## 2.4 REQUISITOS CONFORMES DE LA NORMA NTC-ISO/IEC 17025:2017 EN EL LABORATORIO

Al tratarse de requisitos que cumplen en su totalidad con los estándares de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017 no se considera necesario la implementación de acciones de mejora.

### 2.4.1 Acciones correctivas y preventivas.

- Están establecidas políticas y procedimientos para la implementación de acciones correctivas, la cual inicia con una investigación para determinar la causa del problema.<sup>11</sup>
- Dependiendo de la magnitud del problema se seleccionan las actividades a seguir con mayor posibilidad de eliminar el problema y prevenir su repetición.<sup>12</sup>
- El laboratorio realiza el seguimiento de los resultados para asegurar la eficacia de las acciones correctivas implementadas.<sup>13</sup>
- Se tienen definidos procedimientos para las acciones preventivas y la aplicación de controles para asegurar que sean eficaces.<sup>14</sup>

## 2.5 ESTUDIO DE LAS DEBILIDADES Y FORTALEZAS DEL LABORATORIO

Una vez realizado el análisis de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017 en el laboratorio, se identificaron las fortalezas y debilidades, evidenciadas en el Cuadro 2, con el fin de aprovechar de manera furtiva las oportunidades de mejora presentadas.

Cuadro 2. Fortalezas y debilidades del laboratorio de planta de aguas.

Fortalezas	Debilidades
La implementación de la norma ISO 9001 facilita el desarrollo de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017 en el laboratorio debido a que está actuando bajo un sistema de gestión de calidad certificado para los procesos de ensayo y calibración.	Las instalaciones del laboratorio presentan una oportunidad de mejora respecto a la iluminación y distribución de los espacios.

<sup>11</sup>Íbid.

<sup>12</sup> RUEDA Dimate, Claudia. Propuesta para la implementación de la norma NTC-ISO/IEC 17025:05, para el laboratorio de análisis de aceite de distribuidora Nissan y John Deere Colombia. 2012. [Consultado el 13/12/2018].

<sup>13</sup>INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Op Cit.

<sup>14</sup> Íbid.

Cuadro 2. (Continuación)

<b>Fortalezas</b>	<b>Debilidades</b>
Personal técnicamente competente con base en la educación, capacitación y aptitudes para la realización de los análisis.	El seguimiento al instructivo de cada método analítico puede ser mejorado, siguiendo con mayor rigor las especificaciones en cuanto a uso y manejo de instrumentación y equipos.
Alta experiencia técnica en el área de calidad.	El equipo de medición de la turbiedad presenta una baja exactitud en los resultados.
Posicionamiento regional.	No se tiene control de las condiciones ambientales como temperatura y humedad, las cuales afectan significativamente el desarrollo de los análisis.
El laboratorio cuenta con procedimientos específicos para la recolección, preparación y análisis de pruebas con base en requerimientos Internacionales.	Se presentan diferencias considerables en la forma de realizar los ensayos con respecto a lo estipulado en instructivos internos de la compañía los cuales a su vez presentan una esquematización compleja, al estar redactados de forma poco organizada y no usar herramientas gráficas, lo que dificulta la comprensión.
Sistema de calibración certificado.	Bajo control de acceso a las instalaciones del laboratorio.

Fuente: elaboración propia.



### 3. ACCIONES CORRECTIVAS Y PREVENTIVAS

Se llevó a cabo una fase de observación en la realización de los métodos de ensayo para identificar las oportunidades de mejora que presenta cada uno de ellos, y de esta manera aplicar las correspondientes acciones correctivas y preventivas para mitigar posibles errores a lo largo de la validación e incrementar el grado de cumplimiento para satisfacer los requisitos planteados, estas acciones se evidencian en el Cuadro 3.

Cabe resaltar que no se van a evaluar los métodos microbiológicos para el control de calidad de agua potable debido a que estos se realizan en un laboratorio independiente, además el alcance del proyecto abarca únicamente los métodos físico-químicos.

Cuadro 3. Acciones correctivas y preventivas.

Análisis	Acciones Correctivas
Alcalinidad y Dureza	Seguir los lineamientos establecidos en los instructivos de norma KOF y en el diagrama de proceso, teniendo en cuenta las cantidades y reactivos implicados en el análisis. Controlar y verificar la temperatura de la muestra previa a su análisis, con el fin de minimizar la variación de resultados.
Conductividad y Sólidos Totales Disueltos	Llevar a cabo el procedimiento establecido para limpieza y cuidado de los electrodos del equipo. Medir y analizar las cantidades indicadas en el instructivo y diagrama de proceso. Verificar el valor de la temperatura indicado por el equipo, el cual debe encontrarse entre los rangos establecidos por el instructivo antes de realizar la medición.
pH	Llevar a cabo el procedimiento establecido para limpieza y cuidado del electrodo del equipo. Verificar el valor de la temperatura indicado por el equipo, el cual debe encontrarse entre los rangos establecidos por el instructivo antes de realizar la medición. Tener en cuenta los lineamientos establecidos en el instructivo y diagrama de proceso, dando especial importancia a la agitación de la muestra para garantizar la homogenización.
Turbiedad	Verificar que el resultado reportado corresponda al valor mostrado por el equipo una vez este se estabilice y presente una variación entre los resultados mostrados inferior a 0,01. Llevar a cabo el análisis de las muestras en el menor tiempo posible previo a su recolección, esto con el fin de evitar asentamientos y resultados erróneos. Realizar el procedimiento para limpieza y cuidado de las celdas del equipo, utilizando los materiales y reactivos adecuados.

Cuadro 3. (Continuación)

<b>Acciones Preventivas</b>
Realizar capacitaciones con una periodicidad no mayor a 6 meses, para el personal técnico y administrativo del laboratorio, incluyendo los temas competentes a sus funciones. Llevar a cabo calibraciones periódicas de acuerdo con lo establecido por el proveedor del equipo y el ICONTEC. Realizar verificaciones con una periodicidad no mayor a 6 meses de los instrumentos y reactivos utilizados en los análisis, dando especial relevancia a estado, fecha de vencimiento y condiciones de limpieza y almacenamiento.

Fuente: elaboración propia.

### **3.1 PLAN DE CAPACITACIÓN**

Con el objetivo de dar cumplimiento a las acciones correctivas y preventivas propuestas, se lleva a cabo un plan de capacitación, el cual hace referencia a un conjunto de actividades orientadas a desarrollar y ampliar los conocimientos, habilidades y aptitudes del personal técnico encargado de realizar los respectivos análisis físico-químicos de control de calidad.

La capacitación ayuda a establecer los lineamientos adecuados de manera ordenada y sistemática para la realización de acciones específicas dentro del laboratorio de planta de aguas, logrando así la integración del personal con las responsabilidades designadas, con el fin de mantener la eficacia de los procesos y la calidad de los resultados basados en la confiabilidad de los mismos.

El propósito de implementar el siguiente plan de mejoramiento continuo es generar una mayor aceptación de los resultados obtenidos, mediante la concientización de la importancia del aseguramiento de la calidad por parte del personal técnico y operativo del laboratorio y la correspondiente preparación para la ejecución de las diferentes actividades dentro de los puestos de trabajo acorde a los requerimientos de la compañía.

Las evaluaciones y los documentos soporte de las capacitaciones realizadas, así como los resultados obtenidos por el personal del laboratorio, se muestran en el Anexo A.

#### **3.1.1 Temas de capacitación.**

- Desarrollo de los procedimientos basados en los instructivos de la compañía y en los diagramas de proceso facilitados al personal.
- Manejo correcto de los equipos del laboratorio
- Concientización de la importancia del aseguramiento de la calidad.
- Norma ISO 17025:2017

### 3.1.2 Acciones a desarrollar

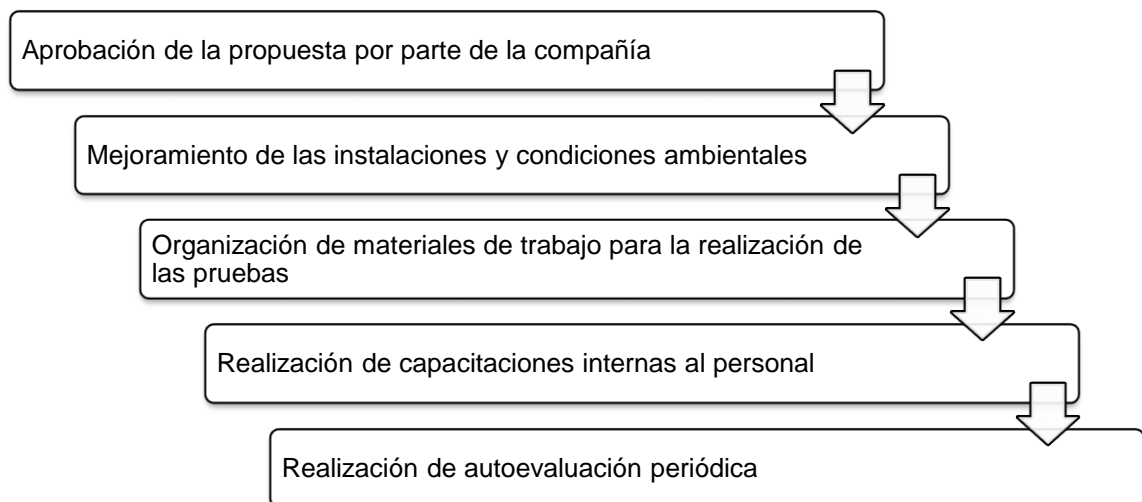
- Dar a conocer al personal de laboratorio las oportunidades de mejora identificadas en el diagnóstico inicial, así como la importancia de la implementación de la norma ISO 17025:2017.
- Realizar la explicación teórica y práctica del método de acuerdo con los requerimientos establecidos en la norma interna de empresa, apoyándose en el uso de diagramas de proceso.
- Llevar a cabo el entrenamiento del personal en cada uno de los análisis a validar con el fin de verificar la correcta ejecución de los mismos.

**3.1.3 Métodos.** Los métodos de Alcalinidad, Conductividad, Dureza, pH, Sólidos Totales Disueltos y Turbiedad son aquellos en los que se capacita al personal del laboratorio, debido a que son aquellos a validar en el proyecto de investigación.

## 3.2 PLAN DE MEJORA

El propósito de implementar el plan de mejoramiento continuo que se muestra en la Figura 1, es generar una mayor aceptación de los resultados obtenidos, mediante la concientización de la importancia del aseguramiento de la calidad por parte del personal técnico y operativo del laboratorio y la correspondiente preparación para la ejecución de las diferentes actividades dentro de los puestos de trabajo acorde a los requerimientos de la compañía.

Figura 1. Plan de mejora



Fuente: elaboración propia, basado en CORREDOR, Yailleth; RAMÍREZ, Lucelly. Validación de Técnicas de Análisis para Dureza Total y Turbiedad en el Laboratorio de Control de Calidad de la empresa de Acueducto y Alcantarillado del Municipio De Ibagué Iba S.A E.S.P, 2015.

## 4. METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN

En el siguiente capítulo se dan a conocer los recursos utilizados para el desarrollo de la validación de los análisis de laboratorio para el control de calidad del agua con el objetivo de satisfacer los requerimientos del numeral 7.2 correspondiente a la validación de métodos de la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017 y demostrar la competitividad y capacidad del laboratorio.

De esta manera se requiere establecer la correcta funcionalidad y aplicación del método analítico y los equipos, además de verificar su correspondiente calibración dentro de las especificaciones establecidas por la compañía, los proveedores y las normas internacionales.

Dicho lo anterior, se dan a conocer los reactivos, materiales y equipos utilizados para la medición de cada parámetro de los análisis de agua destinados al proceso de validación.

### 4.1 REACTIVOS

En el Cuadro 4, se muestran los reactivos utilizados para la ejecución de cada parámetro evaluado en el laboratorio y su correspondiente proveedor, los cuales se encuentran certificados para garantizar la validez de los resultados.

Cabe resaltar que para la limpieza de los implementos y materiales de trabajo se utiliza agua destilada para impedir la contaminación y residuos de reactivos.

Cuadro 4. Reactivos empleados en los análisis físico-químicos.

Reactivo	Fórmula Química	Proveedor
<b>Alcalinidad</b>		
Tiosulfato de Sodio 0,1 N	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	MERCK
Naranja de Metilo	$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$	MERCK
Ácido Sulfúrico 0,02 N	$\text{H}_2\text{SO}_4$	MOLLABS
Carbonato de Calcio 99%	$\text{CaCO}_3$	MERCK
<b>Dureza Total</b>		
Tiosulfato de Sodio 0,5 M	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	MERCK
Hidróxido de Amonio 1,7%	$\text{NH}_4\text{OH}$	MERCK
Negro de Eriocromo T	$\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{O}_7\text{SNa}$	MERCK
EDTA 0,01 M ( $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ )	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$	MERCK
Carbonato de Calcio 99%	$\text{CaCO}_3$	MERCK
<b>Lavado</b>		
Agua Destilada	$\text{H}_2\text{O}$	FARADAY

Cuadro 4. (Continuación)

Reactivo	Fórmula Química	Proveedor
<b>pH</b>		
Patrón de referencia	pH 4	MOLLABS
Patrón de referencia	pH 7	MOLLABS
Patrón de referencia	pH 10	MOLLABS
<b>Conductividad y Sólidos Totales Disueltos</b>		
Patrón de referencia 0,01 M	KCl	MOLLABS
Patrón de referencia 0,3 M	KCl	MOLLABS
<b>Turbiedad</b>		
Estándar de calibración	0,1 NTU	HACH
Estándar de calibración	20 NTU	HACH
Estándar de calibración	200 NTU	HACH
Estándar de calibración	1000 NTU	HACH
Estándar de calibración	4000 NTU	HACH

Fuente: elaboración propia.





## 4.2 MATERIALES

Los materiales necesarios para la medición de los diferentes parámetros de caracterización de agua deben estar en condiciones óptimas para su uso, libres de rayones y sin ningún residuo de impurezas o suciedad que puedan afectar los resultados.

Para las titulaciones, es decir la medición de alcalinidad y dureza total se utilizan matraces de Erlenmeyer de vidrio con capacidad de 250 mL; en los métodos de pH, conductividad y sólidos totales disueltos se deposita la muestra en vasos de precipitado en vidrio de 100 mL para realizar la lectura del resultado, por último, para el análisis de la turbiedad se utiliza una celda de vidrio de 30 ml.

En el cuadro 5 se explican a detalle los materiales empleados para cada análisis y las especificaciones dadas por el proveedor.

Cuadro 5. Materiales empleados en los análisis físico-químicos.

Instrumento	Imagen	Especificaciones
Beaker		Marca: FARADAY Material: Vidrio Capacidad: 100 mL
Celda		Marca: HACH Material: Vidrio Capacidad: 30 mL
Erlenmeyer		Marca: FARADAY Material: Vidrio Capacidad: 250 mL
Pipeta graduada		Marca: FARADAY Material: Vidrio Capacidad: 100 mL

Fuente: elaboración propia.

### 4.3 EQUIPOS

Los equipos empleados en los análisis de laboratorio se describen en el Cuadro 6 con su respectiva imagen, adicionalmente se realiza la verificación metrológica de los mismos para asegurar la confiabilidad de los resultados a obtener en la validación.

Cuadro 6. Equipos empleados en los análisis físico-químicos.

Equipo	Imagen	Especificaciones	Ultima Fecha Calibración
Bureta Digital		Marca: BRAND Modelo: TITRETTE CLASS A PRECISION Carga Máx.: 230 g Carga Min.: 0,001 g	12-07-2018
Conductivimetro		Marca: HACH Modelo: SENSION 5 Rango de medición: 0 $\mu$ S/cm a 200 000 $\mu$ S/cm Resolución: (0,1 – 1 – 10) $\mu$ S/cm Tolerancia: $\pm$ 0,5%	18-04-2018
pH metro		Marca: HACH Modelo: HQ11D Resolución: (0,01 Unidades de pH) Tolerancia: $\pm$ 0,24 Unidades de pH	05-10-2018
Turbidímetro		Marca: HACH Modelo: 2100N Rango de medición: 0 NTU a 1 000 NTU Resolución: (0,01 - 0,1 -1) NTU Tolerancia: $\pm$ 5%	14-02-2018

Fuente: elaboración propia basado en información proporcionada por la compañía.

#### 4.4 VERIFICACIÓN DEL MÉTODO

Como parte del procedimiento de validación, se hace necesario alinear los métodos establecidos a la normativa internacional y los entes acreditadores, el cual consiste en estandarizar las metodologías y lograr un proceso con un alto nivel de confiabilidad, lo que permite al laboratorio contribuir al proceso de mejora continua y certificación de la compañía. En el Cuadro 7 se evidencian los documentos utilizados para la verificación de los métodos a validar.

Cuadro 7. Documentos para estandarización de métodos.

<b>Prueba</b>	<b>Método de ensayo</b>
Alcalinidad	Standard Methods 2320B
Conductividad	Standard Methods 2510 B
Dureza	Standard Methods 2340C
pH	Standard Methods 4500-H+ B
Sólidos totales disueltos	Standard Methods 2540
Turbiedad	Standard Methods 2130B

Fuente: elaboración propia basado en STANDARD METHODS. [En línea]. [Consultado el 09/02/2019]. Disponible en <https://www.standardmethods.org/>

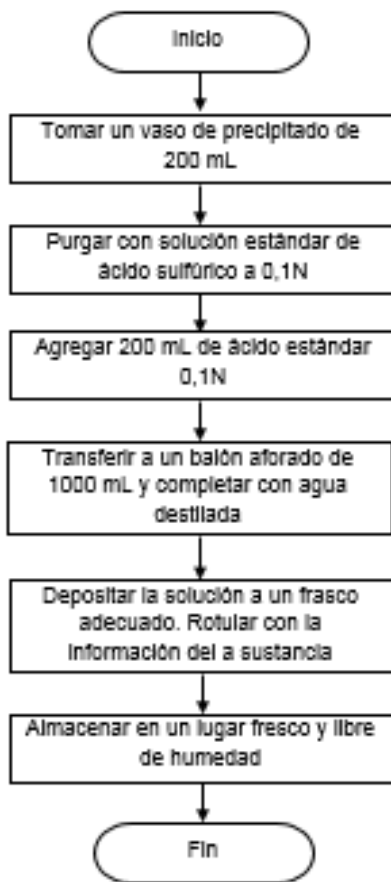
Con base en la revisión bibliográfica, se realiza la estandarización de las metodologías, la cual consiste en modificar los procedimientos actuales y alinearlos a la normativa internacional, con el objetivo de realizar una exitosa validación de los mismos.

#### **4.5 ESTANDARIZACIÓN DE LAS SOLUCIONES**

A continuación se dan a conocer las respectivas preparaciones para las soluciones utilizadas en la realización de los métodos físico-químicos basadas en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

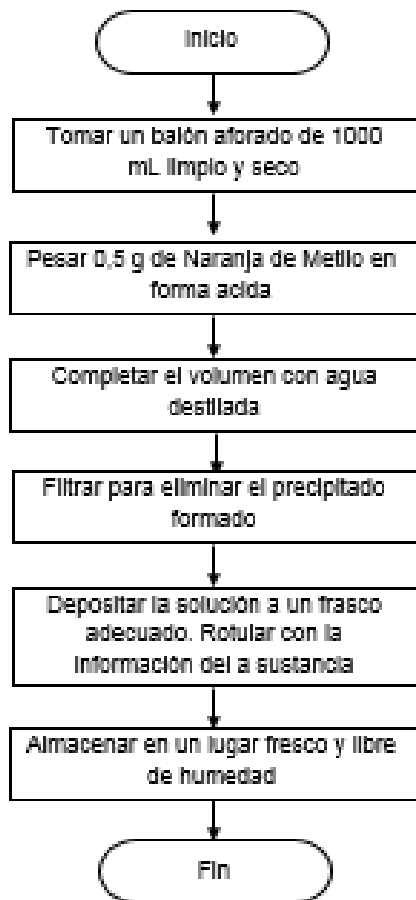


Figura 2. Solución de Ácido Sulfúrico 0,02N (Alcalinidad)



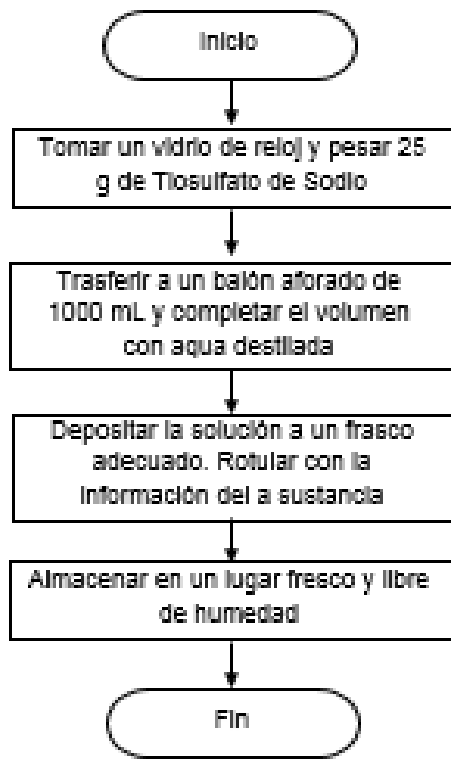
Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition

Figura 3. Naranja de Metilo (Alcalinidad)



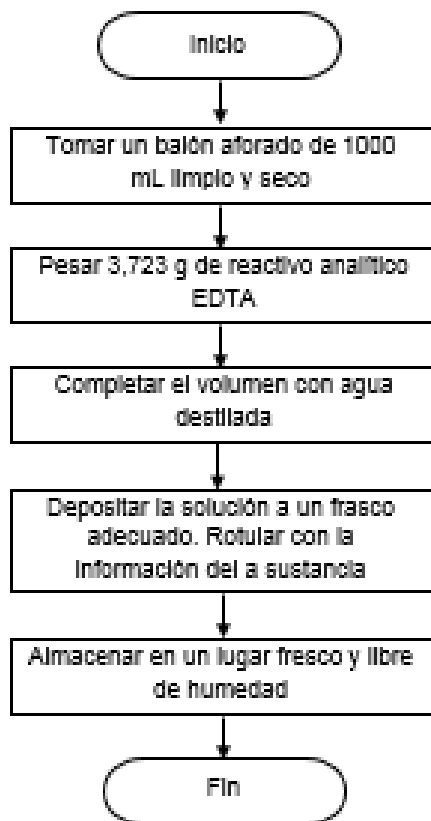
Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition

Figura 4. Tiosulfato de Sodio 0,1N



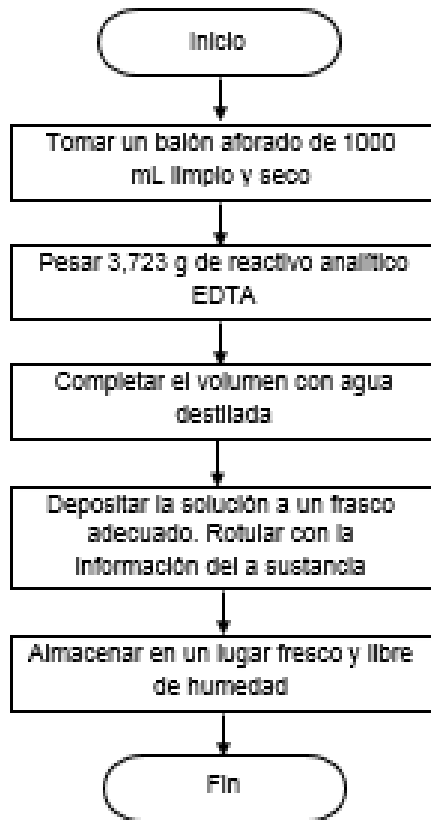
Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition.

Figura 5. Solución EDTA 0,01M (Dureza)



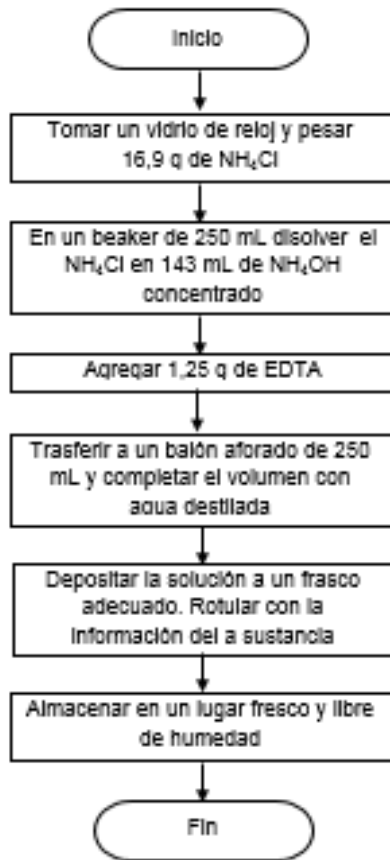
Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition..

Figura 6. Negro de Eriocromo T (Dureza)



Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition.

Figura 7. Solución Buffer (Dureza)



Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition.

#### 4.6 MÉTODOS FÍSICO-QUÍMICOS

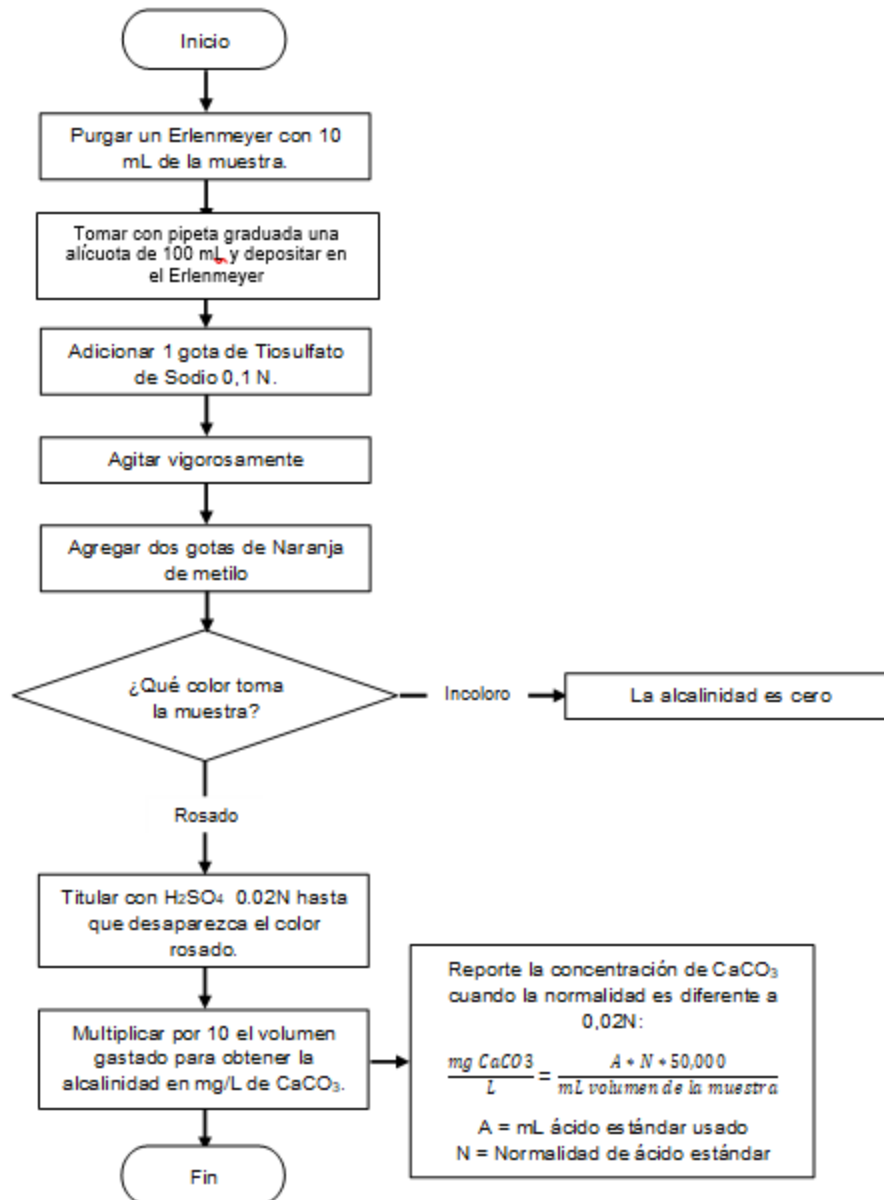
Con el objetivo de determinar las propiedades físico-químicas del agua tomada de los diferentes puntos de muestreo en la planta, el laboratorio realiza los análisis y ensayos pertinentes a las muestras con el apoyo de los procedimientos especificados por la compañía, los cuales se encuentran alineados a la normativa internacional mostrada en el Cuadro 7.

A continuación, se explica de manera detallada en qué consiste cada uno de los análisis físico-químicos a validar, así como los lineamientos que deben ser tenidos en cuenta para su correcta ejecución.

**4.6.1 Alcalinidad.** La alcalinidad total se debe a la presencia de iones carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, este método consiste en la capacidad de la base para neutralizar ácidos y se determina mediante titulación con ácido sulfúrico

0,02N y se expresa como mg/L de CaCO<sub>3</sub> utilizando un indicador de naranja de metilo el que genera un viraje de color amarillo a curuba, estas condiciones son explicadas a detalle en la Figura 8.

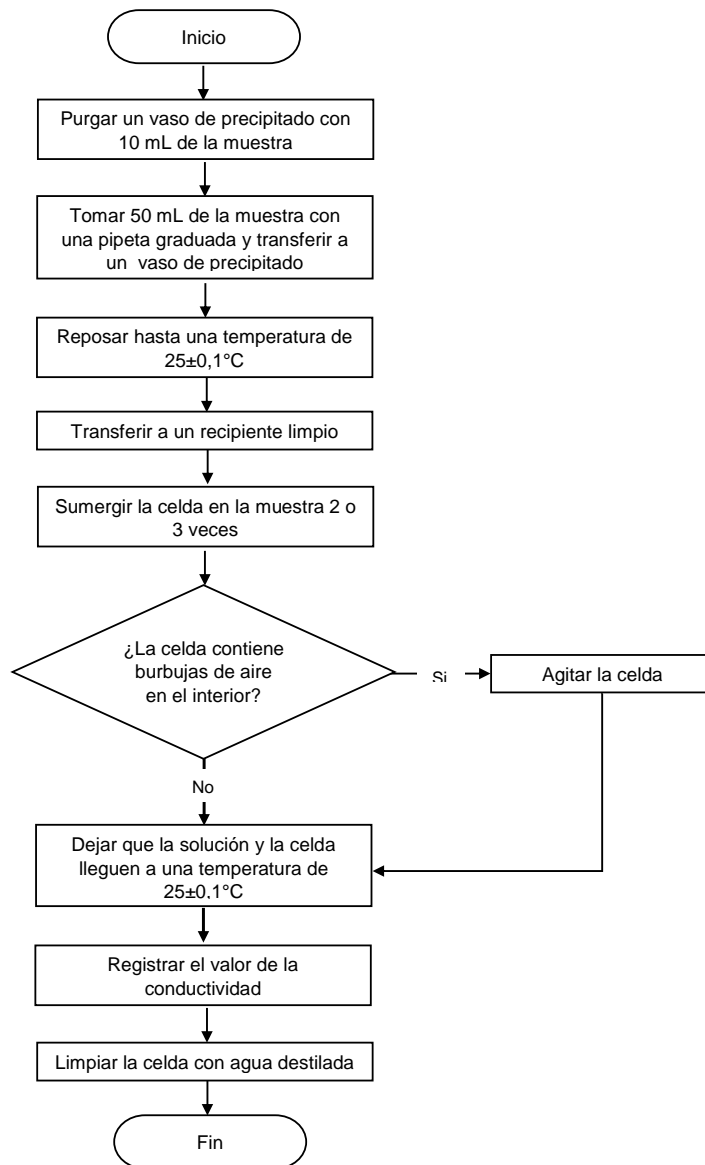
Figura 8. Determinación de Alcalinidad.



Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition, con modificaciones realizadas por la compañía.

**4.6.2 Conductividad.** Este método consiste en determinar la capacidad que posee una solución acuosa para transportar corriente eléctrica a 25°C; se mide mediante el uso de una celda de conductividad y su procedimiento se muestra en la Figura 9.

Figura 9. Determinación de Conductividad.

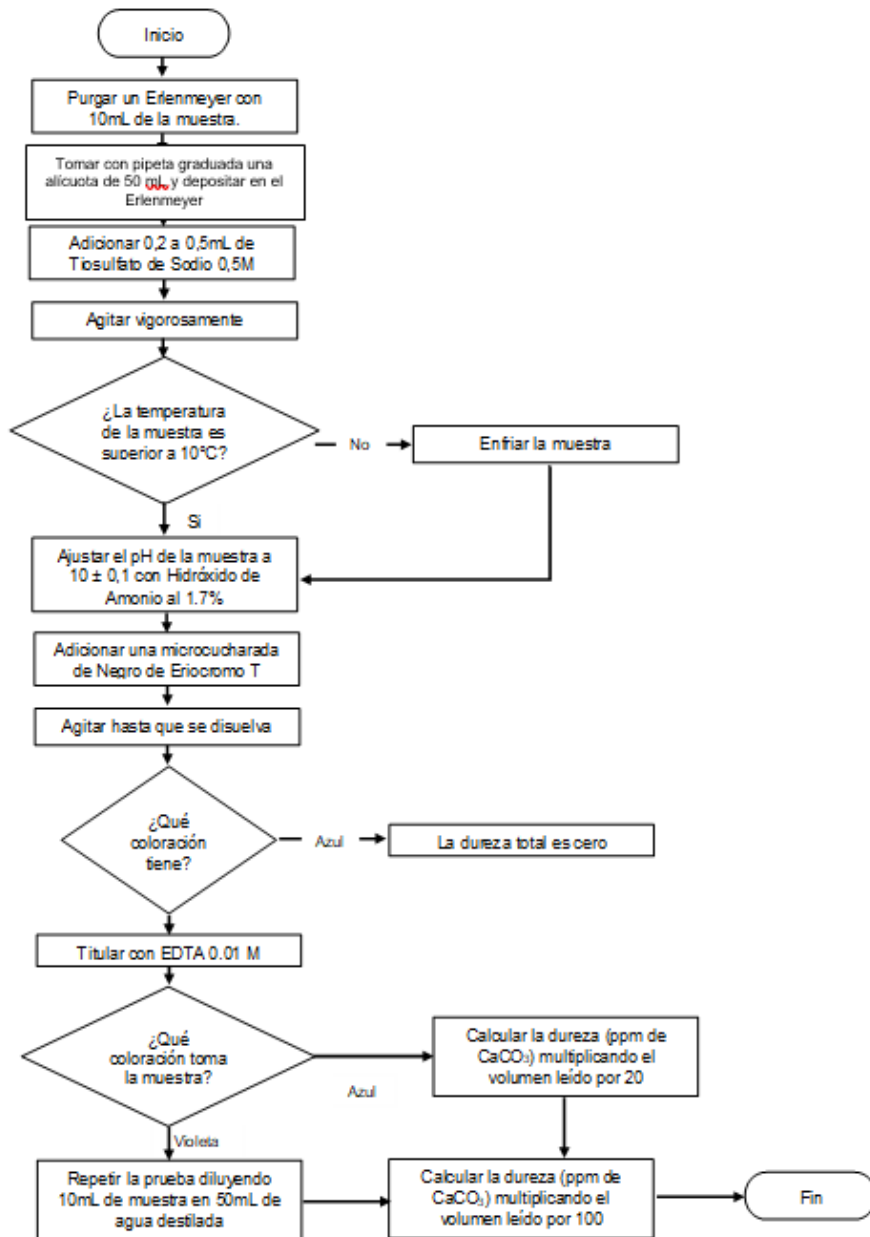


Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition, con modificaciones realizadas por la compañía.



**4.6.3 Dureza.** Se refiere a la presencia de concentración de iones de calcio y magnesio. La dureza se expresa por el número equivalente de miligramos de  $\text{CaCO}_3$  por litro. Es un parámetro reglamentado y su procedimiento se especifica en la Figura 10.

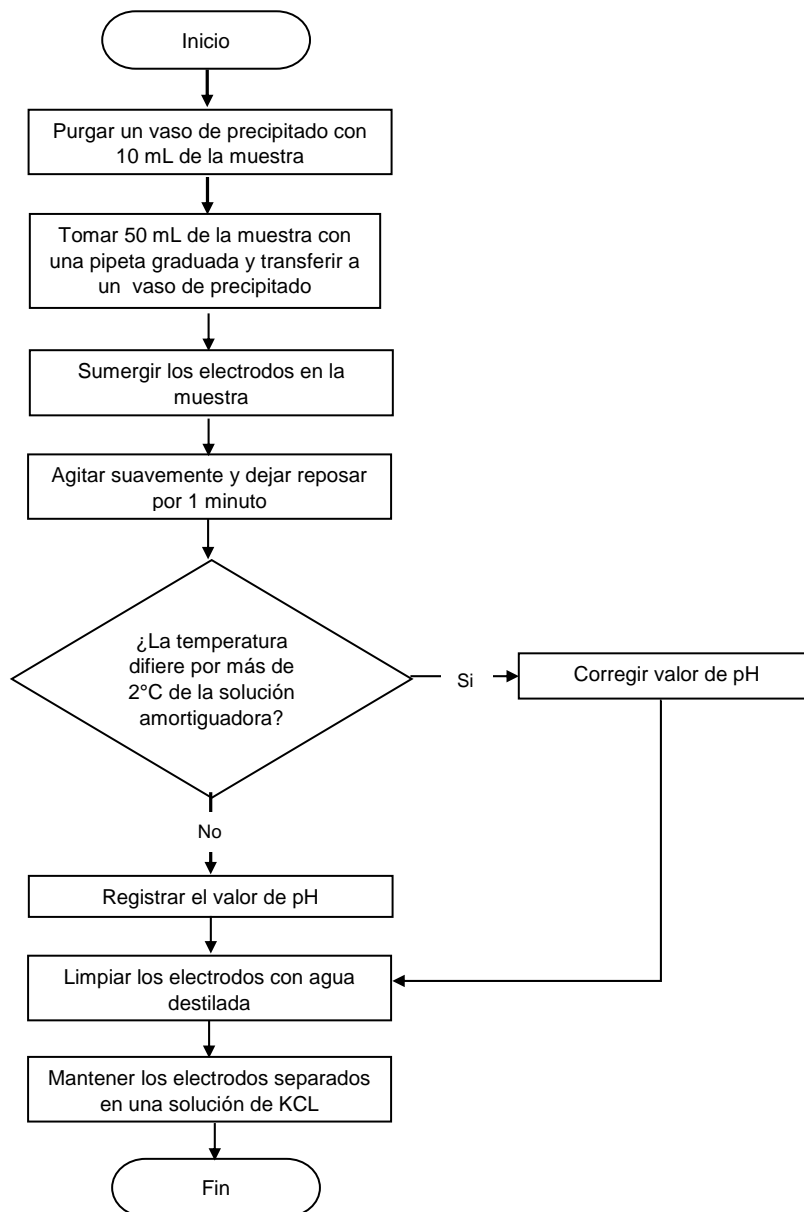
Figura 10. Determinación de Dureza.



Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition, con modificaciones realizadas por la compañía.

**4.6.4 pH.** Este procedimiento, explicado en la Figura 11, permite conocer las características básicas y ácidas de una solución a una temperatura específica, mediante el cálculo de la actividad de los iones de hidrogeno, se realiza por medidas potenciométricas usando un electrodo de vidrio con un electrodo de referencia.

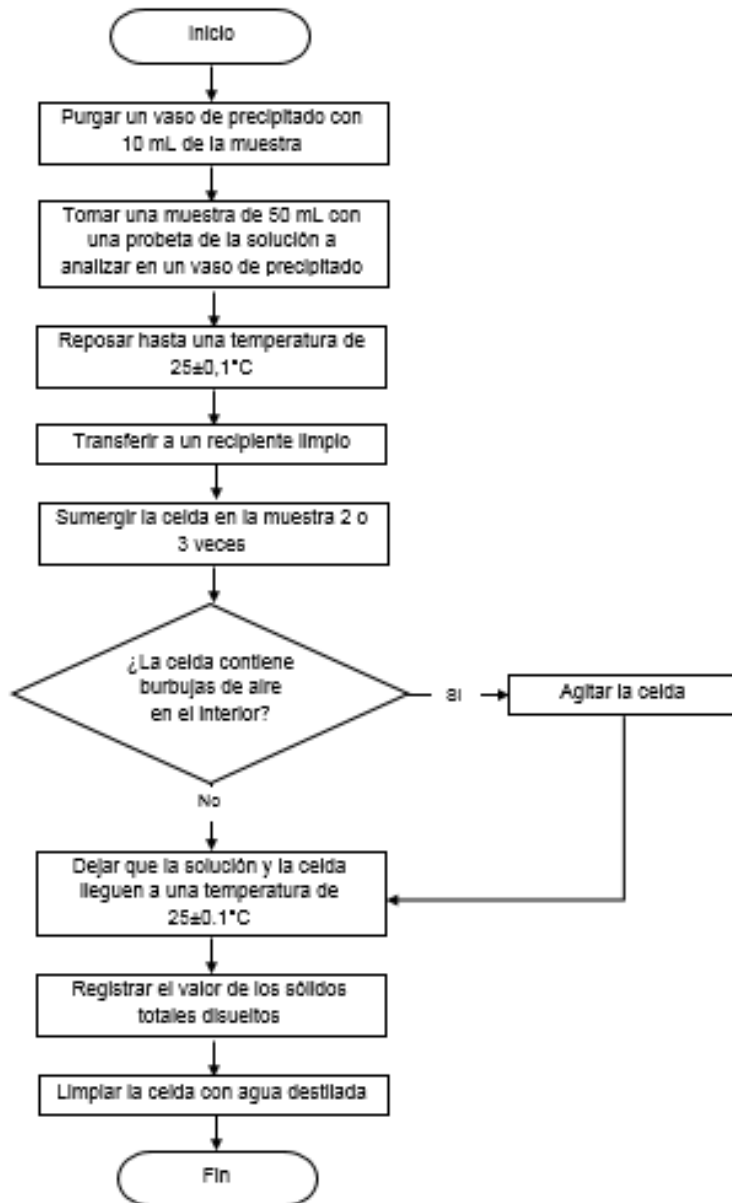
Figura 11. Determinación de pH.



Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition, con modificaciones realizadas por la compañía.

**4.6.5 Sólidos totales disueltos.** El cálculo de los TDS da a conocer la cantidad de sustancias aniónicas y catiónicas que se encuentran disueltas en el agua. Este resultado se expresa en partes por millón y el procedimiento a seguir se muestra en la Figura 12.

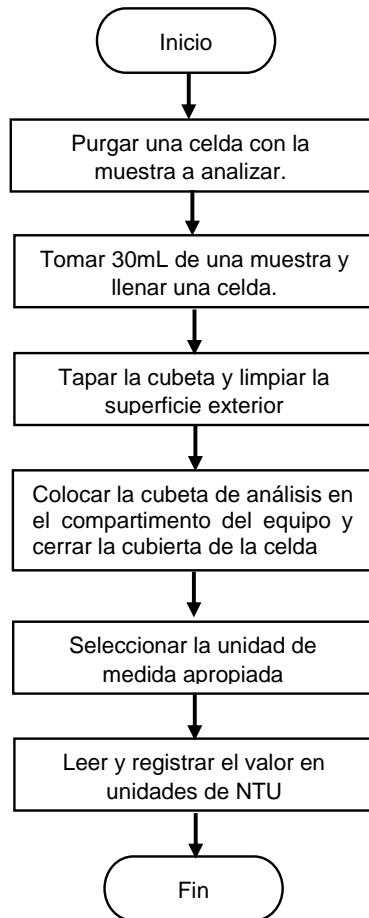
Figura 12. Determinación de Sólidos Totales Disueltos.



Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition, con modificaciones realizadas por la compañía.

**4.6.6 Turbiedad.** Este parámetro de control se tiene en cuenta en todos los puntos del proceso, esta característica es generada por partículas en suspensión presentes en el agua, lo cual ocasiona una reducción en la transparencia de la misma. La turbiedad se determina mediante un turbidímetro que realiza la lectura en unidades de NTU. En la Figura 13 se explica detalladamente el procedimiento a seguir para la ejecución del análisis.

Figura 13. Determinación de Turbiedad.



Fuente: AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition, con modificaciones realizadas por la compañía.

#### 4.7 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para la preparación de las muestras se toma como referencia la guía para la Validación de técnicas analíticas del Instituto Nacional de Vigilancia de

Medicamentos y Alimentos (INVIMA) en el cual se establecen los principales requerimientos para llevar a cabo la validación de los métodos.

Las muestras a analizar constan de un blanco reactivo, estándares de diferentes concentraciones y patrones de referencia los cuales se deben correr como mínimo 5 ensayos en días diferentes y al menos por triplicado.<sup>15</sup>

**4.7.1 Alcalinidad y Dureza.** La validación de los métodos de Alcalinidad y Dureza se lleva a cabo a cinco diferentes concentraciones de  $\text{CaCO}_3$  dentro del rango máximo permisible para agua potable establecido en la Resolución 2115 de 2007. La preparación de las soluciones se muestran en las Figuras 14 y 15, para las cuales se toma como base una solución madre de 1000 ppm de  $\text{CaCO}_3$  como lo establece la guía para la Validación de técnicas analíticas del Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos.

La masa necesaria de  $\text{CaCO}_3$  para la solución madre utilizada se determina mediante los siguientes cálculos:

Ecuación 1. Determinación de masa para solución madre

$$1000 \text{ ppm } \text{CaCO}_3 = \frac{1000 \text{ mg } \text{CaCO}_3}{1 \text{ L } \text{H}_2\text{O}}$$

Ecuación 2. Conversión mg a g

$$1000 \text{ mg } \text{CaCO}_3 \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} = 1 \text{ g } \text{CaCO}_3$$

Ecuación 3. Cálculo de cantidad de masa teniendo en cuenta la pureza del reactivo

$$1 \text{ g } \text{CaCO}_3 \times \frac{100\%}{99\%} = 1,01 \text{ g } \text{CaCO}_3$$

**4.7.2 Conductividad y Sólidos Disueltos Totales.** Para la validación de estos métodos se utiliza 5 concentraciones diferentes del patrón de referencia en este caso de KCl como se muestra en Cuadro 8 con su respectivo valor teórico. La preparación de las muestras se realiza a partir de una concentración de la solución estándar de 0,01M y 0,03 M como se muestra en las Figuras 10 y 11.

---

<sup>15</sup> Basado en: INVIMA. Validación de técnicas analíticas. 2015.

Cuadro 8. Conductividad y TDS patrones de referencia.

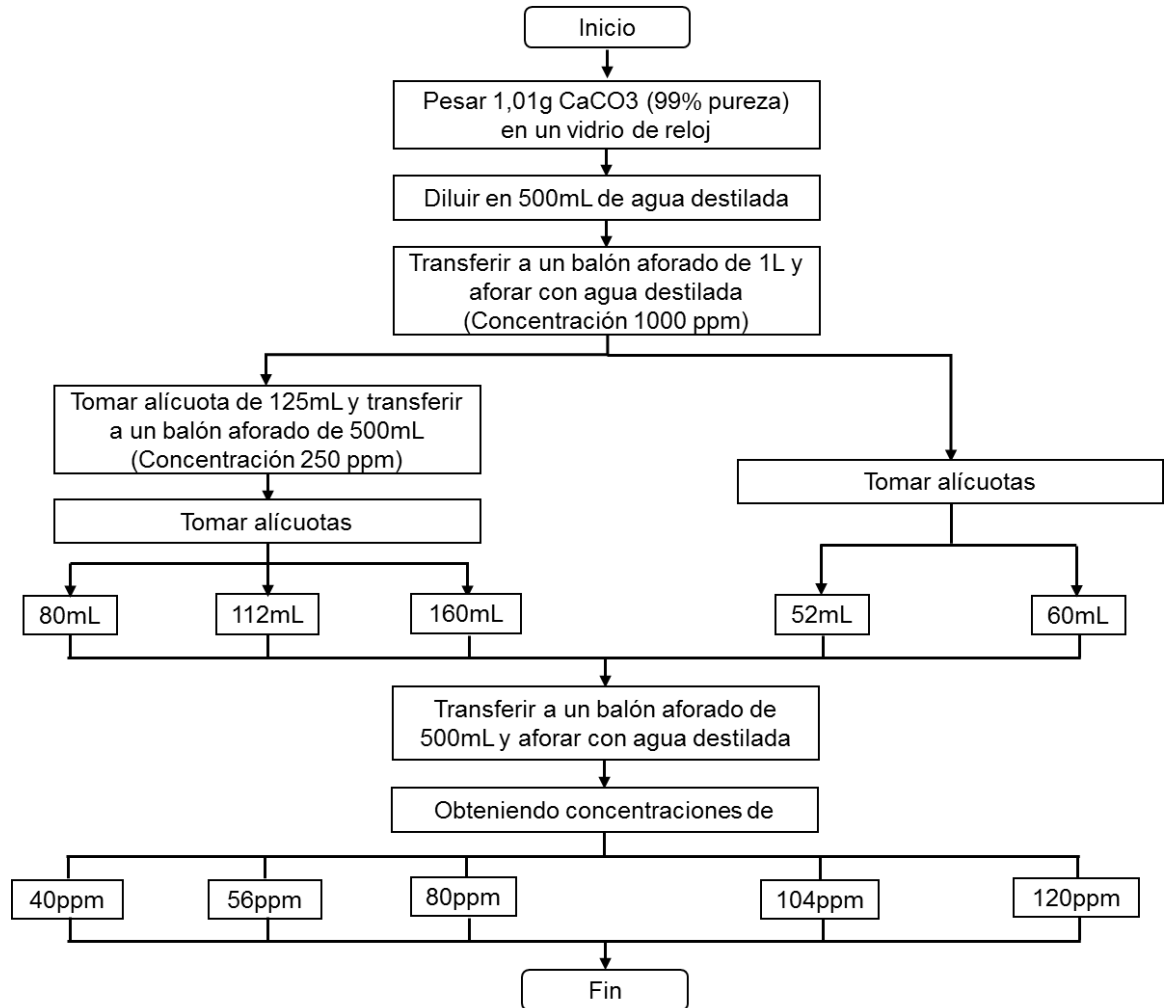
Concentración (M)	Conductividad Teórica ( $\mu\text{s/cm}$ )	SDT (mg/L)
0,02	2765	1383
0,01	1412	706
0,005	715,5	357,75
0,001	146,9	73,45
0,0005	73,4	36,7

Fuente: elaboración propia, basado en Salud Ambiental. Manual de métodos fisicoquímicos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. [En línea]. [Consultado el 15/04/2019]. Disponible en <https://www.ins.gov.co/sivicap/Documentacion%20SIVICAP/2011%20Manual%20an%20alisis%20fisico%20quimico%20aguas.pdf>

**4.7.3 pH.** Para desarrollar la evaluación del método se utilizan soluciones patrón de valores de pH iguales a 4, 7 y 10 las cuales se encuentran estandarizadas y son enviadas por un proveedor certificado. Estas pruebas están basadas en la validación del método realizada por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales de Colombia.

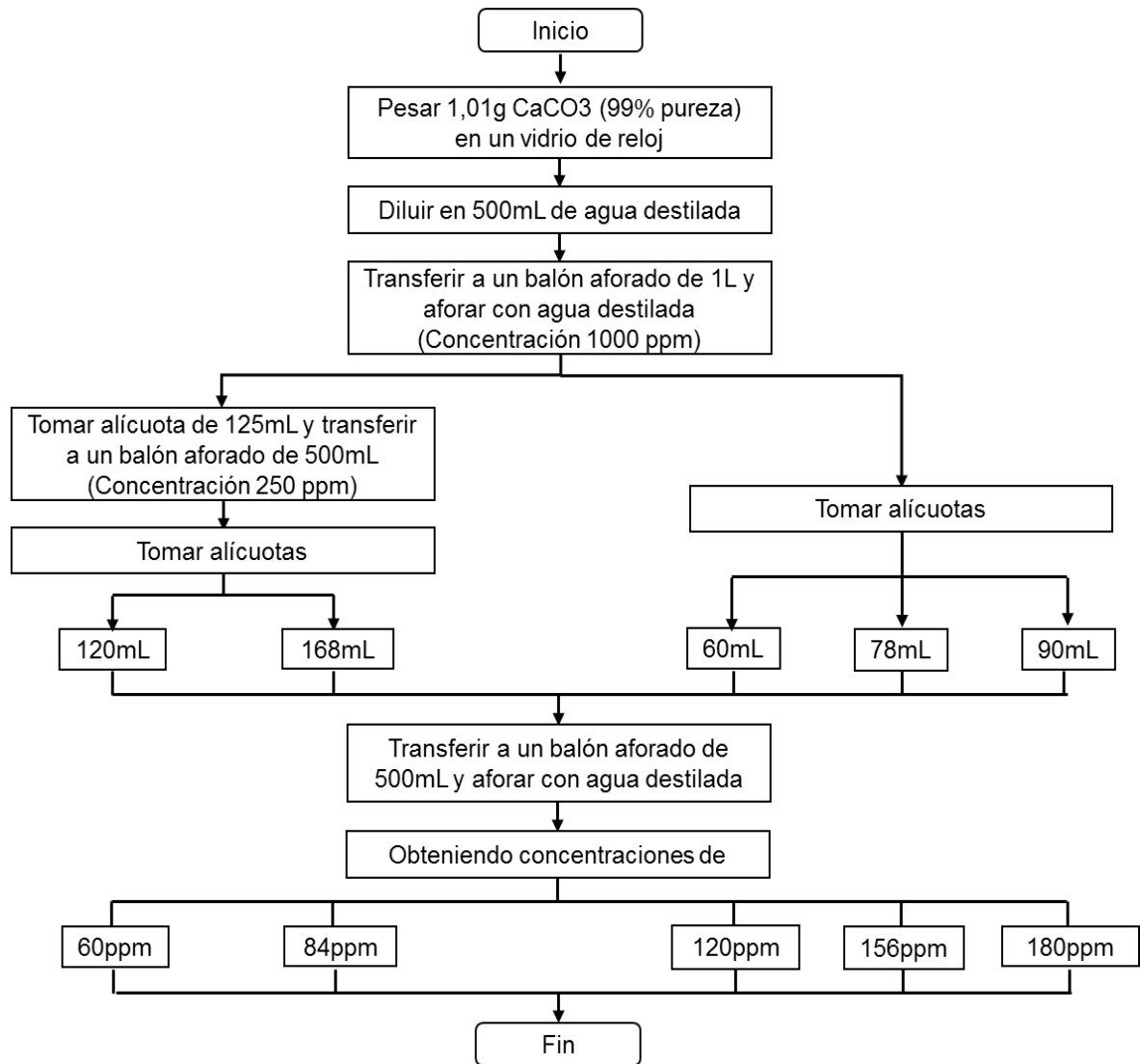
**4.7.4 Turbiedad.** El análisis de la turbiedad se realiza a partir de los estándares de calibración del equipo, los cuales constan de diluciones de Formazina para valores de turbiedad de <0,1 NTU, 0,2 NTU, 200 NTU, 1000 NTU y 4000 NTU. Estas pruebas están basadas en la validación del método realizada por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales de Colombia.

Figura 14. Procedimiento preparación soluciones de Carbonato de Calcio (Alcalinidad)



Fuente: elaboración propia, basado en AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIROMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition.

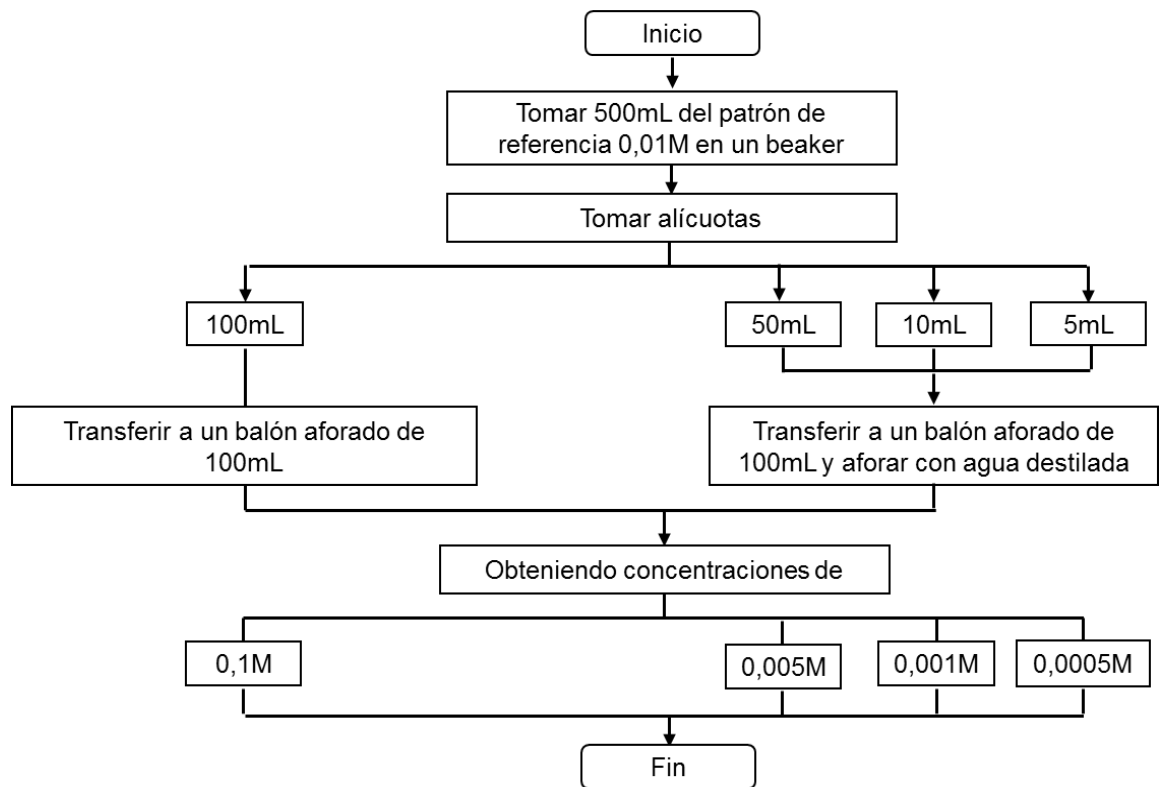
Figura 15. Procedimiento preparación soluciones de Carbonato de Calcio (Dureza)



Fuente: elaboración propia, basado en AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition.



Figura 16. Procedimiento preparación soluciones KCl (Conductividad y TDS)



Fuente: elaboración propia, basado en AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIROMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition.

Figura 17. Procedimiento preparación soluciones KCl (Conductividad y TDS)



Fuente: elaboración propia, basado en AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIROMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition

#### 4.8 PARÁMETROS ESTADÍSTICOS DE VALIDACIÓN

Estos parámetros están determinados por el tipo de prueba a validar como se evidencia en los Cuadros 9 y 10, y están basados en la reglamentación vigente regulada por el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (INVIMA).

Cuadro 9. Parámetros de validación para análisis físico-químicos.

Parámetro de desempeño	Tipo de Prueba		
	Espectrofotométrica	Potenciométrica	Volumétrica
Intervalo lineal y de trabajo	SI	SI	SI
Límite de detección	SI	NO	NO
Límite de cuantificación	SI	NO	SI
Recuperación	SI	NO	SI
Sesgo	SI	SI	SI
Repetibilidad	SI	SI	SI
Reproducibilidad	SI	SI	SI
Incertidumbre	SI	SI	SI
Sensibilidad	SI	SI	SI
Selectividad	SI	SI	SI
Robustez	SI	SI	SI

Fuente: elaboración propia, basado en INVIMA. Validación de Técnicas Analíticas. 2015. [Consultado el 26/02/2019], pág. 37.

Cuadro 10. Convenciones parámetros de validación.

Turbiedad	
pH, Conductividad, SDT	
Únicamente pH y SDT	
Alcalinidad, Dureza	

Fuente: elaboración propia, basado en INVIMA. Validación de Técnicas Analíticas. 2015. [Consultado el 26/02/2019], pág. 37.

**4.8.1 Intervalo de trabajo y sensibilidad.** Es el intervalo entre el nivel más bajo y alto de concentración que ha sido demostrado que puede ser determinado con la precisión y exactitud requeridas para una determinada matriz.<sup>16</sup>

Ecuación 4. Pendiente de la recta

$$b = \frac{\sum_i (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}$$

Ecuación 5. Ordenada de origen de la recta

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

<sup>16</sup>INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA CHILE. Guía técnica para la realización de la validación de métodos de ensayo. 2015. [En línea]. [Consultado el 10/03/2019]. Disponible en: [http://www.ispch.cl/sites/default/files/resolucion/2015/01/resoluci%C3%B3n\\_exenta\\_201\\_2015.pdf](http://www.ispch.cl/sites/default/files/resolucion/2015/01/resoluci%C3%B3n_exenta_201_2015.pdf)

Ecuación 6. Coeficiente de correlación

$$r = \frac{\sum_i(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\{[\sum_i(x_i - \bar{x})^2][\sum_i(y_i - \bar{y})^2]\}^{\frac{1}{2}}}$$

Donde:

$\bar{y}$  = Media de los datos de y.

$\bar{x}$  = Media de los datos de x.

Para comprobar una correlación significativa, es decir,  $H_0$  = Correlación cero, calcular:<sup>17</sup>

Ecuación 7. Estadístico t para el coeficiente de correlación

$$t = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Donde:

$t$  = Valor del estimador t Student obtenido para el coeficiente de correlación

$|r|$  = Valor absoluto del coeficiente de correlación

$n - 2$  = Número de grados de libertad

$r^2$  = Valor del coeficiente de determinación

Se compara el valor de t calculado con el valor de tablas a un nivel de significancia del 95%, con un contraste de 2 colas y n-2 grados de libertad.

Criterio de aceptación:

Si  $t_{cal} \geq t_{tab}$  se rechaza la hipótesis nula.

**4.8.2 Límite de detección (LD) y cuantificación (LQ).** El límite de detección es una característica de las pruebas analítico que puede interpretarse como la cantidad más baja de analito en una muestra que puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada, en las condiciones experimentales establecidas y se determina a partir de la Ecuación 8. Por otro lado, el límite de cuantificación es una característica de los ensayos cuantitativos definida como la cantidad más baja de analito en una muestra que se puede determinar con precisión y exactitud aceptables en las condiciones experimentales establecidas,<sup>18</sup> este parámetro puede ser calculado con base en la Ecuación 9.

<sup>17</sup> MILLER, James; MILLER, Jane. Estadística y Quimiometría para Química Analítica. 4ª Edición. Madrid: Pearson Educación S.A., 2002. 111-152p.

<sup>18</sup> INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA CHILE. Op. cit

Ecuación 8. Límite de detección

$$LD = 3,29 * S_o$$

Ecuación 9. Límite de cuantificación

$$LQ = 10 * S_o$$

Dónde:

$S_o$  = Desviación estándar de las lecturas del blanco matriz o testigo reactivo<sup>19</sup>.

**4.8.3 Precisión.** La precisión es el grado de concordancia entre los valores de una serie repetida de ensayos efectuados sobre una muestra homogénea<sup>20</sup> y puede ser evaluada en términos de la repetibilidad y la reproducibilidad. Así mismo, los criterios de aceptación establecidos se evalúan en función del coeficiente de variación y se muestran en el cuadro 11.

**4.8.3.1 Repetibilidad.** Es conocida como la precisión de los resultados bajo las mismas condiciones de operación, es decir el mismo método, materiales, operador y equipo.

**4.8.3.2 Reproducibilidad.** Es la precisión de los resultados bajo variaciones de las condiciones de operación.

Ecuación 10. Desviación estándar

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Donde:

$\bar{x}$  = Promedio de las concentraciones

$x_i$  = Concentración de cada réplica

n = Numero de replicas

Ecuación 11. Coeficiente de variación

$$\%CV = \frac{S}{\bar{x}} * 100$$

Donde:

S = Desviación estándar.

$\bar{x}$  = Media de los datos

---

<sup>19</sup>Íbid.

<sup>20</sup>Íbid.

Cuadro 11. Criterios de aceptación del coeficiente de variación

Valor	Calificación
0 - 7%	Precisa
8 - 14%	Precisión aceptable
15 - 20%	Precisión regular
>20%	Poco precisa

Fuente: 3laboración propia, basada en DANE. Estimación e Interpretación del Coeficiente de Variación de la Encuesta Cocensal. 2008. [Consultado el 11/03/2019]

Una vez son obtenidos estos parámetros, para el caso de la reproducibilidad caso se realiza el análisis de varianza de un factor (ANOVA) el cual permite estimar las posibles causas de variación en los métodos.

Para lo anterior se plantean dos hipótesis (nula y alterna) para determinar si existen o no diferencias estadísticamente significativas donde inicialmente se realiza el contraste F el cual se compara con su valor teórico a un nivel de confianza de 95% como se evidencia en el Cuadro 12.

Las hipótesis planteadas para cada muestra son las siguientes:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

$$H_A: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

Donde:

Ho: No existen diferencias significativas en los resultados.

HA: Existen diferencias significativas en los resultados.

Cuadro 12. Criterios de aceptación reproducibilidad

Criterio	Resultado
$F_{exp} > F_{teorica}$	Rechaza Ho
$F_{exp} < F_{teorica}$	Acepta Ho

Fuente: MONTGOMERY, Douglas. Control Estadístico de la Calidad. 3ª Edición. Limusa Wiley, 2004.

El valor de F teórica es consultado en las tablas de Fisher para una significancia de 0.05 teniendo en cuenta los grados de libertad empleados.

**4.8.4 Exactitud.** La exactitud determina la diferencia entre el valor experimental y el valor teórico, la cual puede ser calculada mediante el análisis del sesgo. Para

esto se realiza el cálculo del intervalo de confianza y del error relativo de los resultados obtenidos.

Ecuación 12. Intervalo de confianza

$$\bar{y} - t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n} \leq \mu \leq \bar{y} + t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n}$$

Ecuación 13. Error relativo

$$\%Error = \frac{x_{real} - x_{exp}}{x_{real}} * 100$$

Donde:

$x_{real}$  = Valor esperado.

$x_{exp}$  = Valor obtenido experimentalmente.

## 5. DESARROLLO DE LA VALIDACIÓN

En el presente capítulo se dan a conocer los resultados obtenidos, interpretación y cumplimiento con los criterios de aceptación de los parámetros de validación para los diferentes métodos físico-químicos descritos en la metodología con un alto nivel de confiabilidad.

Para esto se realizan 15 repeticiones del análisis a cada una de las muestras, utilizando patrones de referencia previamente establecidos dependiendo de la naturaleza del método, por otra parte, para los blancos reactivos se utiliza agua destilada.

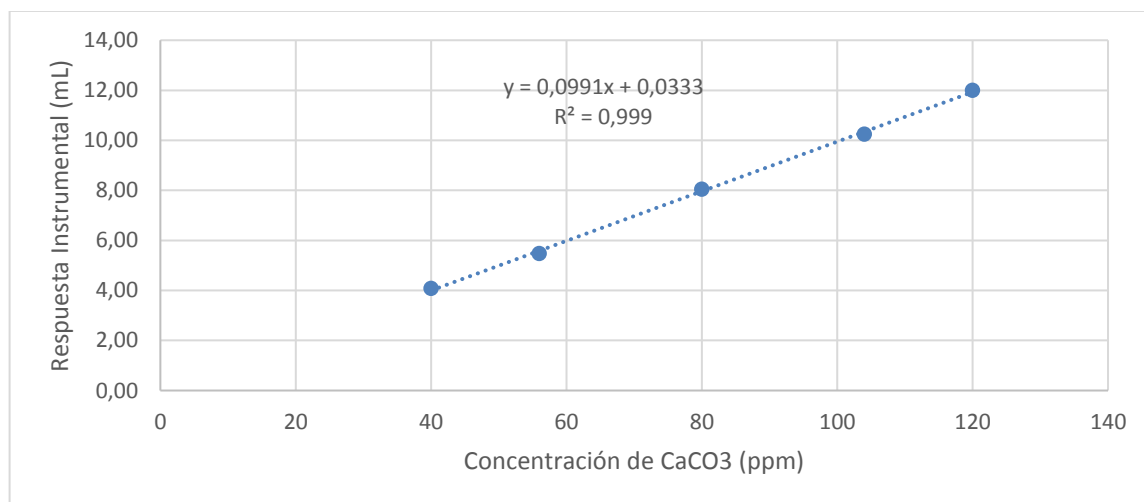
### 5.1 ALCALINIDAD

Los parámetros a evaluar para la validación de la Alcalinidad son Linealidad y Sensibilidad, Limite de Detección y Cuantificación, Precisión y Exactitud, según lo establecido en la guía para la Validación de técnicas analíticas del Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos.

El intervalo de trabajo utilizado se apoya en la resolución 2115 de 2007 donde se establecen los valores máximos permisibles para la calidad del agua potable, en el cual se toman 5 concentraciones al 50% – 70% – 100% – 130% y 150%, siendo estas de 40 – 56 – 80 – 104 y 120 mg/L de CaCO<sub>3</sub> respectivamente.

**5.1.1 Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con las concentraciones establecidas anteriormente; evaluando cada muestra un total de 15 veces y graficando el promedio de los resultados obtenidos por muestra. Para el análisis de la curva se realiza la evaluación del coeficiente de correlación mediante el análisis de t-student a un nivel de significancia del 95%.

Gráfica 1. Curva de calibración (Alcalinidad)



Fuente: elaboración propia.



Mediante la curva de calibración mostrada en la Gráfica 1 se observa que los resultados obtenidos se ajustan a un modelo lineal adecuado para cumplir el objetivo de la validación del método, esto se confirma con el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) de 0,999, el cual indica de igual manera la precisión de los datos. Por otro lado, la sensibilidad calculada es de 0,0991, demostrando así una proporcionalidad entre las concentraciones planteadas de  $\text{CaCO}_3$  y la respuesta instrumental en mL.

Adicionalmente, en la Tabla 1 se corrobora que existe un buen ajuste entre los resultados experimentales mediante el análisis de t donde el valor experimental es mayor al valor crítico por lo cual se rechaza la hipótesis nula, siendo la correlación lineal significativa.

Tabla 1. Resultados análisis de la curva de calibración (Alcalinidad)

$r^2$	r	$t_{obs}$	$t_{crit}$
0,999	0,9995	54,74	4,18

Fuente: elaboración propia.

**5.1.2 Límite de Detección y Cuantificación.** La determinación del límite de detección y cuantificación se realiza mediante el cálculo de la desviación estándar del blanco reactivo. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados límites (Alcalinidad)

<b>Desviación Estándar</b>	0,54
<b>Límite de Detección (LD)</b>	1,62
<b>Límite de Cuantificación (LQ)</b>	5,39

Fuente: elaboración propia.

El método tiene la capacidad de detectar valores de Alcalinidad de 1,62 mg/L de  $\text{CaCO}_3$ , sin embargo, la mínima concentración de analito que puede ser cuantificada con una precisión y exactitud aceptable es de 5,39 mg/L de  $\text{CaCO}_3$  de acuerdo con las condiciones experimentales planteadas.

**5.1.3 Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

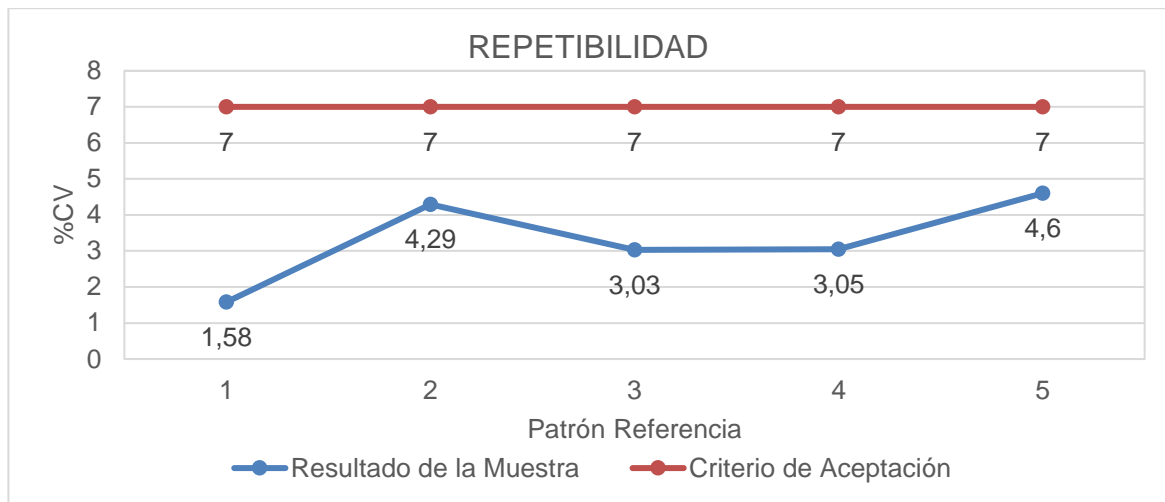
Repetibilidad. En la Tabla 3, se muestran los resultados del cálculo de la exactitud en condiciones de repetibilidad.

Tabla 3. Resultados evaluación estadística repetibilidad (Alcalinidad)

Patrón Referencia	1	2	3	4	5
Valor Teórico (mg/L)	40	56	80	104	120
Promedio (mg/L)	40,75	54,65	80,45	102,43	119,95
Desviación Estándar	1,49	1,61	2,43	3,12	5,52
%CV	3,66	2,94	3,03	3,05	4,60

Fuente: elaboración propia

Gráfica 2. Repetibilidad (Alcalinidad)



Fuente: elaboración propia.

En la Gráfica 2 se observa que la precisión de los diferentes patrones de referencia para Alcalinidad es alta y la técnica es confiable, debido a que el coeficiente de variación para cada concentración de  $\text{CaCO}_3$  es menor al criterio de aceptación establecido por el Departamento Administrativo Nacional de Estadística (DANE), siendo este de 0 - 7% bajo las mismas condiciones de operación. Este comportamiento refleja una condición de repetibilidad favorable, debido a que los resultados obtenidos presentan un coeficiente de variación bajo, permitiendo rectificar que el método y sistema de medición son consistentes y confiables.

Reproducibilidad. Para la determinación de la precisión en condiciones de reproducibilidad se realiza el análisis de varianza, comparando los resultados obtenidos entre los analistas del laboratorio.

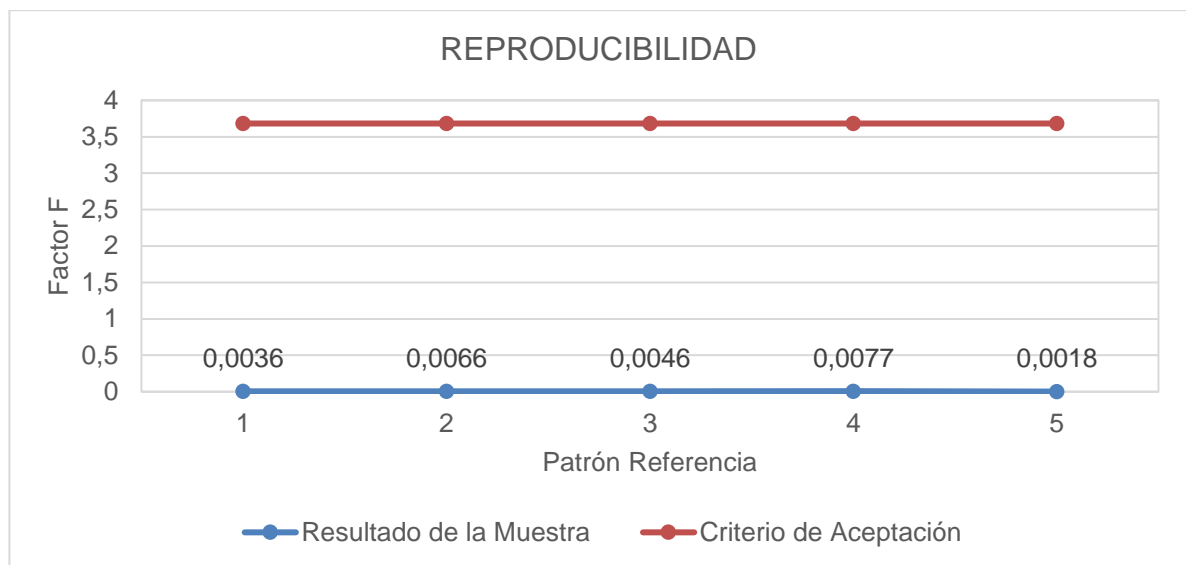
Al realizar la prueba de contraste de F se obtienen los resultados de la Tabla 4, en la cual se muestra el valor experimental y teórico del factor de Fisher, además de la probabilidad que cada uno de los eventos presenta.

Tabla 4. Prueba contraste F (Alcalinidad)

Patrón Referencia	F experimental	F critica	Probabilidad
1	0,0036	3,682	0,996
2	0,0066	3,682	0,993
3	0,0046	3,682	0,995
4	0,0077	3,682	0,992
5	0,0018	3,682	0,998

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 3. Reproducibilidad (Alcalinidad)



Fuente: elaboración propia.

En la Gráfica 3 es posible corroborar que se acepta la hipótesis nula en la que se plantea que no existen diferencias significativamente estadísticas entre los resultados obtenidos bajo diferentes condiciones de operación, debido a que se cumple con el criterio de aceptación donde el valor de F experimental obtenido a partir del análisis ANOVA es mucho menor al teórico, siendo este primero muy cercano a cero.

**5.1.4 Exactitud.** Para el cálculo de la exactitud se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Tabla 5. Intervalo de confianza (Alcalinidad)

Patrón Referencia	Intervalo de Confianza		
	Limite Menor	Media Poblacional	Limite Mayor
1	39,78	40	41,71
2	53,61	56	55,70
3	78,88	80	82,03
4	100,41	104	104,46
5	116,37	120	123,52

Fuente: elaboración propia.

Mediante la determinación del intervalo de confianza presentado en la Tabla 5 es posible evidenciar que los valores de la media poblacional para las soluciones patrón 1, 3, 4 y 5 se encuentran dentro del rango calculado, lo cual indica que existe una homogeneidad entre los resultados obtenidos, es decir que el método es exacto.

Sin embargo, para el patrón de referencia 2 no ocurre lo mismo, pero teniendo en cuenta el error del equipo de 0,6% se puede asegurar que el intervalo se ajusta al método, garantizando que no hay una variación entre el valor verdadero y el resultado experimental.

Por otro lado, se determina el error relativo con respecto al promedio de los datos como se muestra en la Tabla 6.

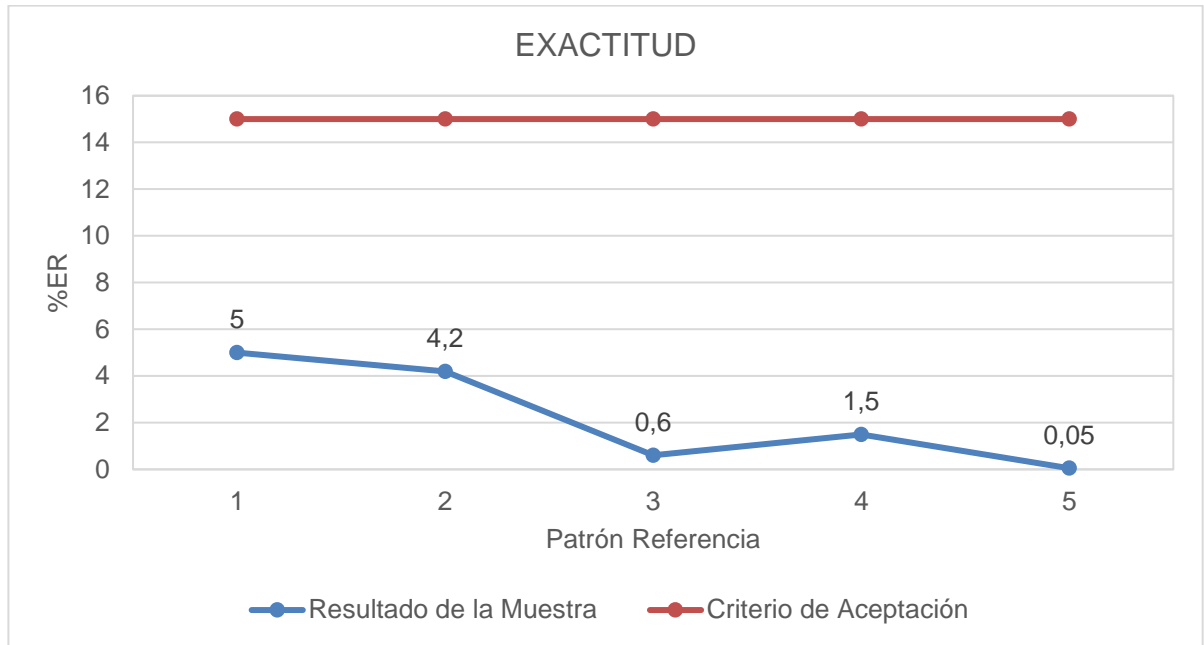
Tabla 6. Error relativo (Alcalinidad)

Patrón Referencia	%Error
1	1,87
2	2,40
3	0,57
4	1,51
5	0,05

Fuente: elaboración propia.

De manera detallada, en la Gráfica 4 se puede observar que existe una baja variación entre los resultados obtenidos y el valor verdadero de las diferentes concentraciones; además se cumple con el criterio de aceptación donde se establece que el método es exacto al presentar un error menor al 15%, como se describe en las Directrices para la Validación de Métodos Analíticos por la UNODC.

Gráfica 4. Error Relativo (Alcalinidad)



Fuente: elaboración propia.

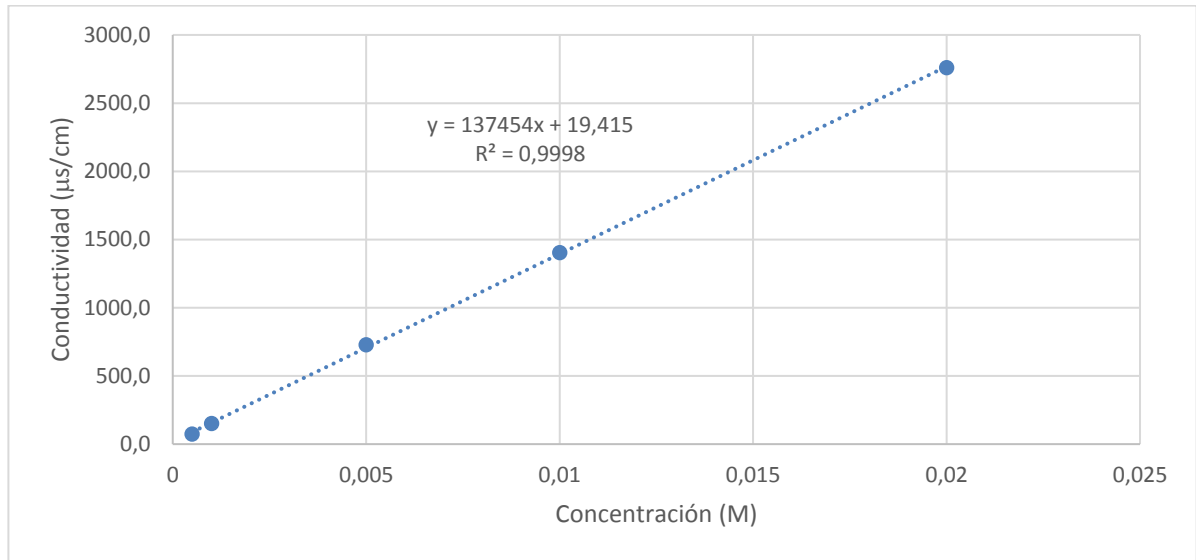
## 5.2 CONDUCTIVIDAD

Los parámetros a evaluar para la validación de la Conductividad son Linealidad, Sensibilidad, Precisión y Exactitud.

El intervalo de trabajo a utilizar para la realización de los ensayos se basa en el procedimiento llevado a cabo por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales, para el cual se toman 5 diferentes concentraciones de la solución patrón de KCl de conductividad conocida.

**5.2.1 Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con las concentraciones del patrón de referencia de KCl como se muestra a continuación.

Gráfica 5. Curva de calibración (Conductividad)



Fuente: elaboración propia.

Mediante la curva de calibración mostrada en la Gráfica 5 se observa que existe una buena linealidad entre los resultados obtenidos experimentalmente, lo cual se demuestra con el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) calculado de 0,9998, ya que estos generan una fuerte correlación entre sí a una precisión alta. La sensibilidad calculada es de 137454, lo que indica proporcionalidad entre el aumento de la concentración de KCl y la conductividad calculada en  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

En la Tabla 7 se corrobora que existe un ajuste entre los resultados obtenidos mediante el análisis de  $t$  donde el valor experimental es mayor al valor crítico por lo cual se rechaza la hipótesis nula, siendo la correlación lineal significativa.

Tabla 7. Resultados análisis de la curva de calibración (Conductividad)

$r^2$	$r$	$t_{\text{obs}}$	$t_{\text{crit}}$
0,9998	0,9999	99,9	6,2

Fuente: elaboración propia.

**5.2.2 Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

Repetibilidad. En la Tabla 8 se presentan los resultados estadísticos de la exactitud en condiciones de repetibilidad.

Tabla 8. Resultados evaluación estadística repetibilidad (Conductividad)

<b>Concentración (M)</b>	0,0005	0,001	0,005	0,01	0,02
<b>Valor teórico(<math>\mu\text{s/cm}</math>)</b>	73,9	146,9	715,5	1412	2765
<b>Promedio (<math>\mu\text{s/cm}</math>)</b>	72,9	150,6	727,8	1404	2759
<b>Desviación Estándar</b>	1,9	7,0	36,5	13,4	14,0
<b>%CV</b>	2,6	4,7	5,0	1,0	0,5

Fuente: elaboración propia

Gráfica 6. Repetibilidad (Conductividad)



Fuente: elaboración propia.

En la Gráfica 6 se reporta que el coeficiente de variación para cada patrón de referencia se encuentra en el rango de aceptabilidad, siendo este menor al 7% y demostrado que el método es preciso bajo las mismas condiciones de operación.

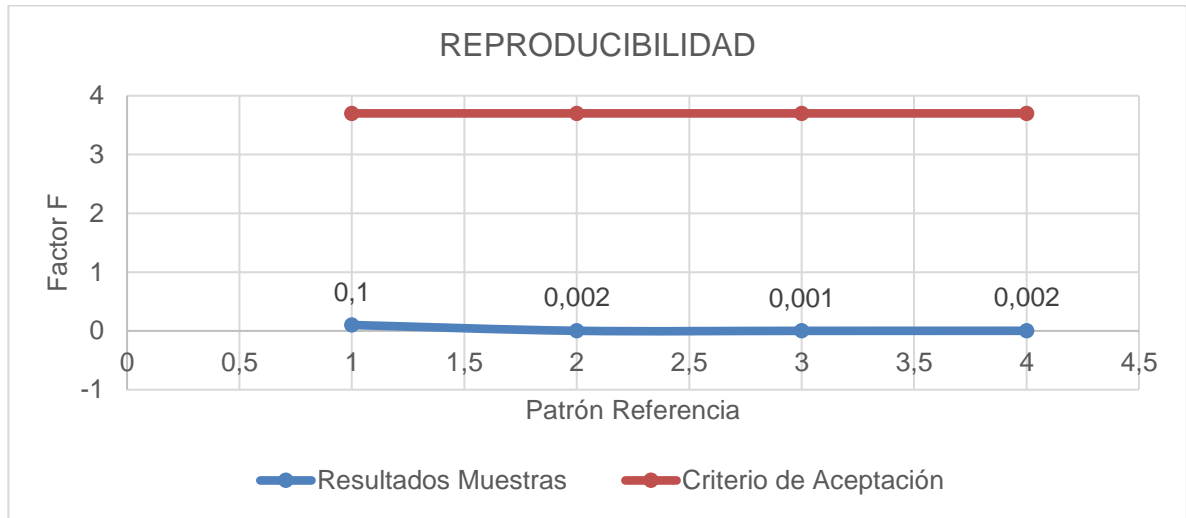
Reproducibilidad. Para la determinación de la precisión en condiciones de reproducibilidad se realiza el análisis de varianza mostrado en la Tabla 9.

Tabla 9. Prueba contraste F (Conductividad)

<b>Concentración (M)</b>	<b>F experimental</b>	<b>F crítica</b>	<b>Probabilidad</b>
0,0005	0,1	3,7	0,9
0,001	0,002	3,7	1,0
0,005	0,001	3,7	1,0
0,01	0,002	3,7	1,0

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 7. Reproducibilidad (Conductividad)



Fuente: elaboración propia.

Al realizar la prueba de contraste de F, se acepta la hipótesis nula en la cual se plantea que no hay diferencias significativas entre los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad debido a que  $F_{exp} < F_{crit}$  como se observa en la Gráfica 7.

**5.2.3 Exactitud.** Para el cálculo del parámetro se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Tabla 10. Intervalo de confianza (Conductividad)

Concentración (M)	Intervalo de Confianza		
	Limite Menor	Media Poblacional	Limite Mayor
0,0005	71,7	73,9	74,1
0,001	146,1	146,9	155,2
0,005	704,2	715,5	751,5
0,01	1395,2	1412	1412,5
0,02	2749,9	2765	2768

Fuente: elaboración propia.

Mediante la determinación del intervalo de confianza mostrado en la Tabla 10 es posible concluir que los valores de la media poblacional para cada concentración de KCl se encuentran dentro del rango calculado, lo cual indica que existe una buena homogeneidad entre los resultados obtenidos, es decir que el método es exacto bajo diferentes condiciones de operación.

Adicionalmente, se calcula el error relativo con respecto al promedio de los datos como se muestra en la Tabla 11.

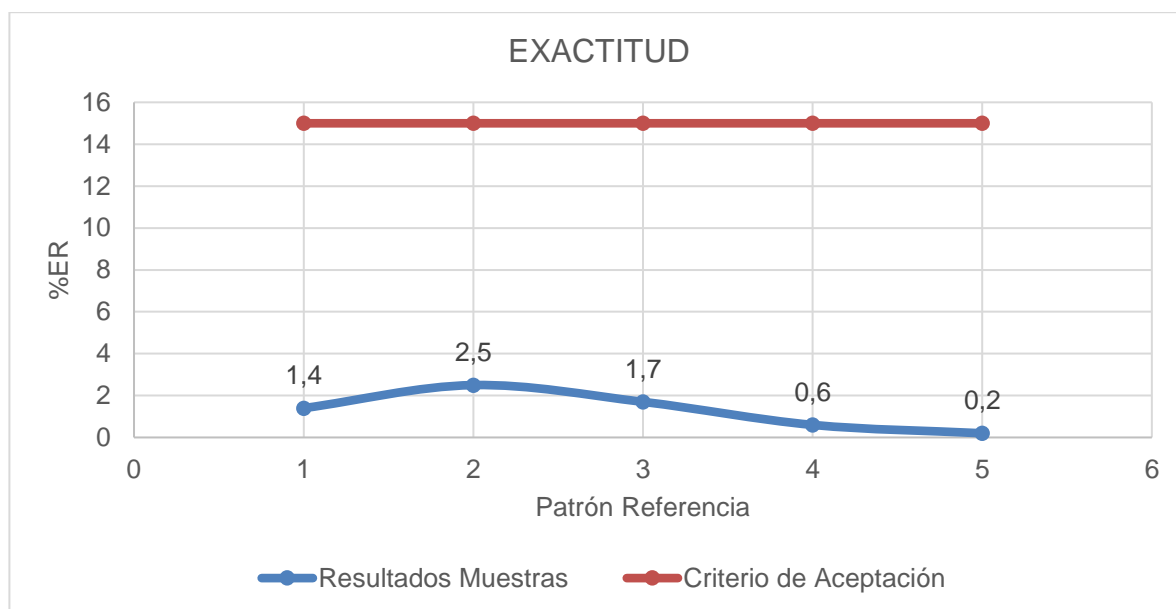


Tabla 11. Error relativo (Conductividad)

Concentración (M)	%Error
0,0005	1,4
0,001	2,5
0,005	1,7
0,01	0,6
0,02	0,2

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 8. Exactitud (Conductividad)



Fuente: elaboración propia.

En la Gráfica 8 se puede confirmar que el método de la conductividad es exacto a razón de que existe una baja diferencia entre los resultados obtenidos y el valor verdadero, ya que los valores se encuentran en un rango entre 0,2 y 2,5% cumpliendo así con el criterio de aceptación planteado.

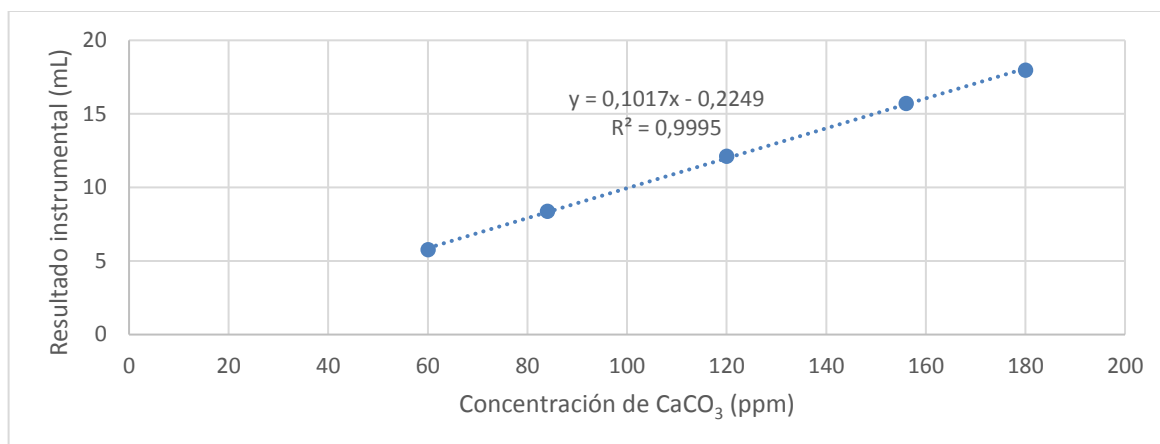
### 5.3 DUREZA

Los parámetros a evaluar para la validación de la Dureza son Linealidad y Sensibilidad, Limite de Detección y Cuantificación, Precisión y Exactitud.

El intervalo de trabajo utilizado se apoya en la Resolución colombiana 2115 de 2007 donde se establecen los valores máximos permisibles para la calidad del agua potable, tomando 5 concentraciones al 50% – 70% – 100% – 130% y 150%, siendo este de 60 – 84 – 120 – 156 y 180 mg/L de CaCO<sub>3</sub> respectivamente.

**5.3.1 Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con las concentraciones establecidas anteriormente, para el análisis de la curva se realiza la evaluación del coeficiente de correlación mediante el análisis de t-student.

Gráfica 9. Curva de calibración (Dureza)



Fuente: elaboración propia.

A partir de la Gráfica 9 se observa que el comportamiento de los datos es lineal, lo cual quiere decir que se presenta un buen ajuste entre los datos obtenidos experimentalmente, siendo el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) de 0,9995. La sensibilidad calculada es de 0,1017, la cual demuestra que existe una proporcionalidad entre las concentraciones de CaCO<sub>3</sub> planteadas y la respuesta instrumental en mL.

Mediante el análisis de contraste de t mostrado en la Tabla 12, se confirma que existe una correlación significativa entre los resultados obtenidos debido a que el valor experimental es mayor al valor crítico, lo cual indica que se rechaza la hipótesis nula.

Tabla 12. Resultados análisis de la curva de calibración (Dureza)

$r^2$	$r$	$t_{obs}$	$t_{crit}$
0,9995	0,9992	77,44	4,18

Fuente: elaboración propia.

**5.3.2 Límite de detección y cuantificación.** La determinación del límite de detección y cuantificación se realiza mediante el cálculo de la desviación estándar del blanco de referencia, debido a que es la muestra que contiene la menor cantidad de analito. Los resultados se muestran en la Tabla 13.

Tabla 13. Resultados límites (Dureza)

<b>Desviación Estándar</b>	0.0239
<b>Límite de Detección (LD)</b>	10,64
<b>Límite de Cuantificación (LQ)</b>	35,46

Fuente: elaboración propia

El método tiene la capacidad de detectar valores de dureza de 10,64 mg/L de CaCO<sub>3</sub>, sin embargo, la mínima concentración de analito que puede ser cuantificada con una precisión y exactitud aceptable es de 35,46 mg/L de CaCO<sub>3</sub> de acuerdo a las condiciones experimentales planteadas.

**5.3.3 Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

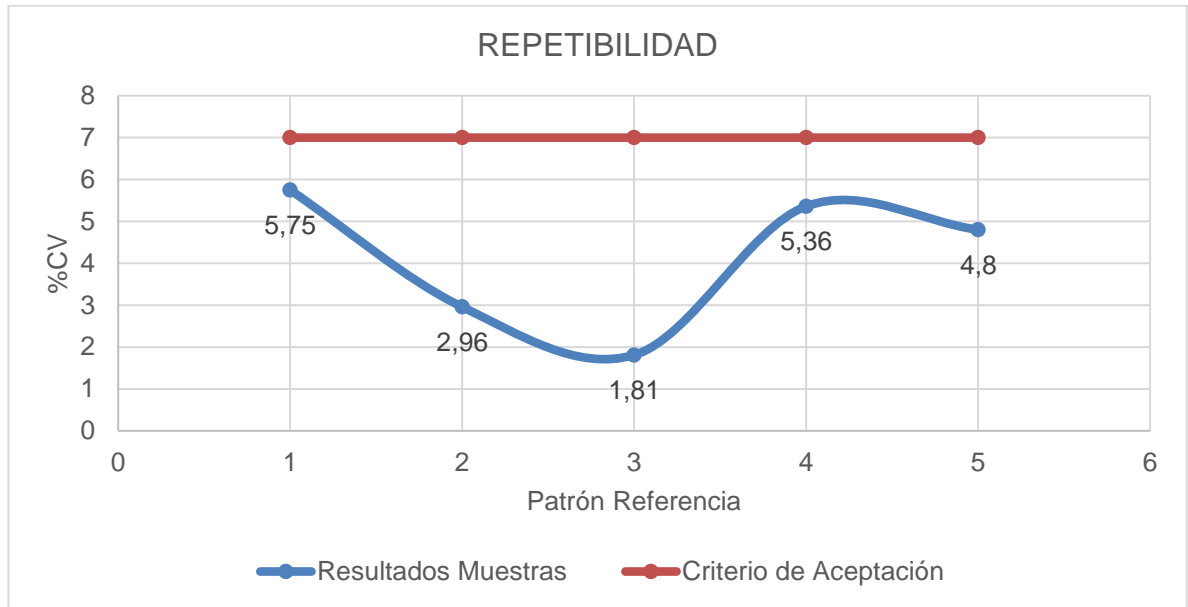
Repetibilidad: En la Tabla 14 se muestran los resultados del cálculo de la exactitud en condiciones de repetibilidad.

Tabla 14. Resultados evaluación estadística repetibilidad (Dureza).

<b>Patrón Referencia</b>	1	2	3	4	5
<b>Valor Teórico</b>	60	84	120	156	180
<b>Promedio</b>	57,67	83,63	121,21	157,04	179,67
<b>Desviación Estándar</b>	3,32	2,47	2,20	8,41	8,62
<b>%CV</b>	5,75	2,96	1,81	5,36	4,80

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 10. Repetibilidad (Dureza)



Fuente: elaboración propia.

En la Gráfica 10 se presentan los coeficientes de variación para cada uno de los patrones de referencia donde se demuestra que los datos presentan un alto grado de concordancia bajo las mismas condiciones de operación debido a que el %CV se encuentra dentro del rango de aceptación del 0-7%, el que establece que el método es altamente preciso.

Reproducibilidad: Para la determinación de la precisión en condiciones de reproducibilidad se realiza el análisis de varianza de la Tabla 15.

Tabla 15. Prueba contraste F (Dureza)

Patrón Referencia	F experimental	F crítica	Probabilidad
1	0,001	3,682	0,999
2	0,018	3,682	0,982
3	0,007	3,682	0,993
4	0,005	3,682	0,995
5	0,011	3,682	0,989

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 11. Reproducibilidad (Dureza)



Fuente: elaboración propia.

Al realizar el análisis de contraste de F, se presentan los resultados de manera esquemática en la Gráfica 11 donde es posible confirmar que el valor de  $F_{exp} < F_{crit}$ , por lo tanto se acepta la hipótesis nula la cual establece que no existen diferencias significativas entre los resultados obtenidos bajo diferentes condiciones de operación.

**5.3.4 Exactitud.** Para el cálculo de la exactitud se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Tabla 16. Intervalo de confianza (Dureza)

Patrón Referencia	Intervalo de Confianza		
	Limite Menor	Media Poblacional	Limite Mayor
1	55,52	60	59,82
2	82,02	84	85,23
3	119,78	120	122,63
4	151,59	156	162,49
5	174,08	180	185,25

Fuente: elaboración propia.

Mediante la determinación del intervalo de confianza en la Tabla 16 es posible manifestar que los valores de la media poblacional para los patrones de referencia se encuentran dentro del rango estimado, lo cual indica que existe una homogeneidad entre los resultados obtenidos, por lo tanto el método es exacto. Sin embargo, teniendo en cuenta el error del equipo de 0,6% para el patrón 1, se

determina que en intervalo calculado se ajusta, garantizando así que no existe una variación significativa entre el valor real y los resultados experimentales.

Dicho ajuste se realiza como consecuencia de errores producidos al momento de preparación de las muestras o en su defecto en la ejecución de la prueba analítica.

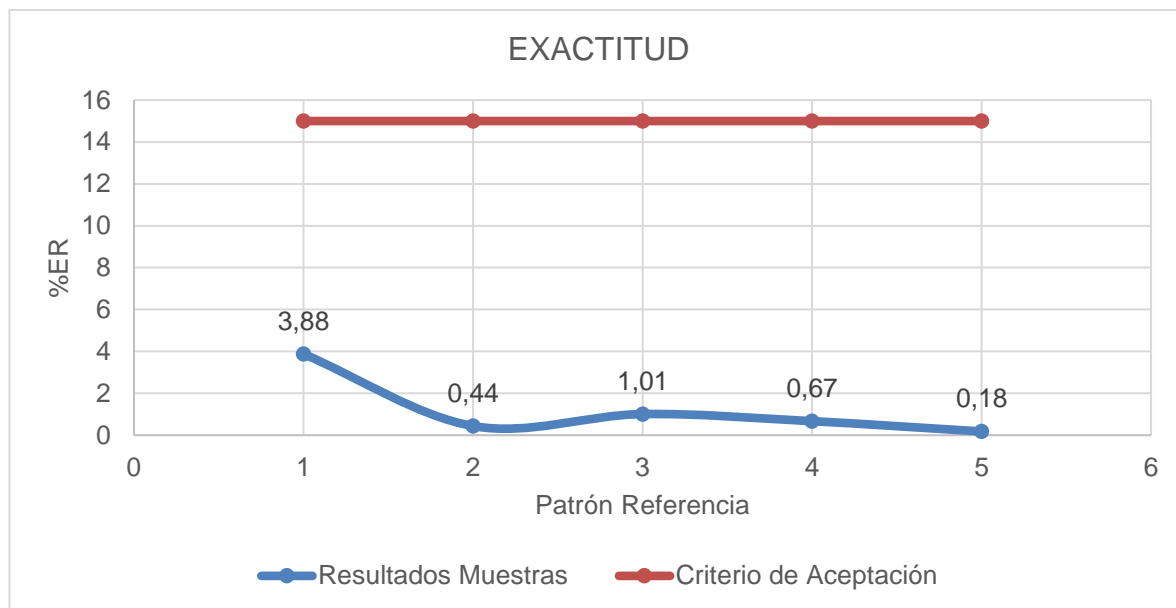
En la Tabla 17 se presenta el error calculado con respecto al promedio de los datos.

Tabla 17. Error relativo (Dureza)

Patrón Referencia	%Error
1	3,88
2	0,44
3	1,01
4	0,67
5	0,18

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 12. Exactitud (Dureza)



Fuente: elaboración propia.

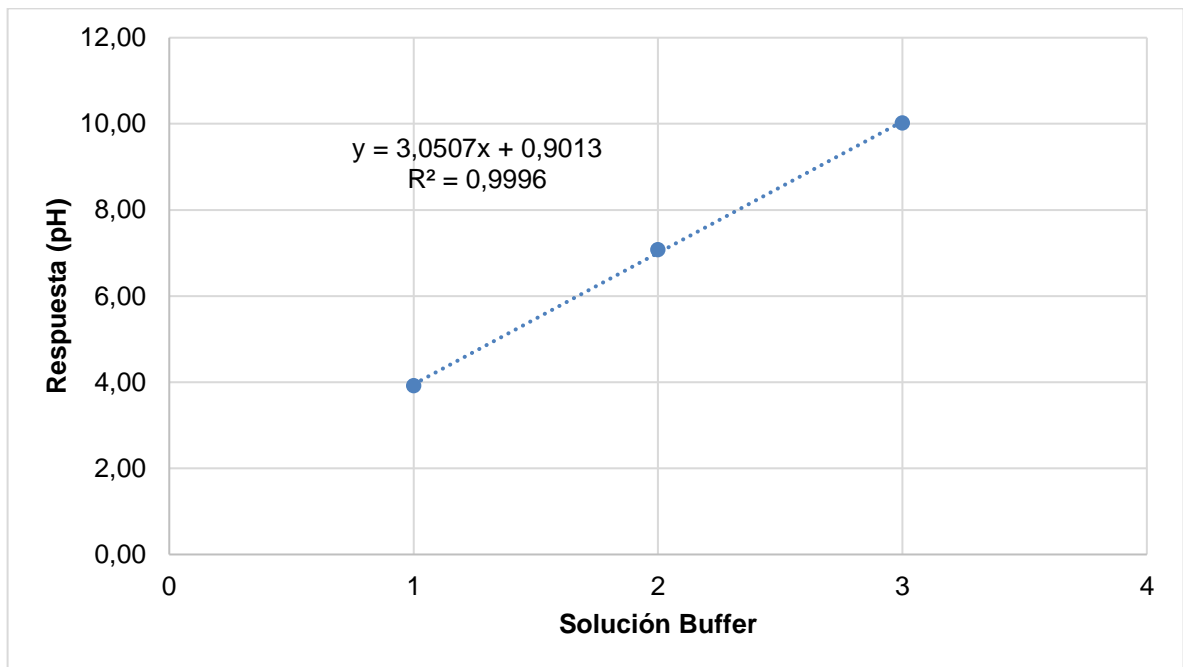
En la Gráfica 12 se ratifica que existe una baja diferencia entre los resultados obtenidos y el valor verdadero debido a que los %ER calculados son menores al 15%, manteniéndose entre un rango de 0,18 – 3,88.

## 5.4 pH

Los parámetros a evaluar para la validación de del pH son Linealidad, Sensibilidad, Precisión y Exactitud. El intervalo de trabajo utilizado corresponde a las soluciones buffer de calibración de valores de pH=4, pH=7 y pH=10.

**5.4.1 Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con las soluciones buffer como se muestra a continuación.

Gráfica 13. Curva de calibración (pH)



Fuente: elaboración propia.

Se observa en la Gráfica 13 que el valor obtenido experimentalmente del coeficiente de determinación ( $R^2$ ) es de 0,9996, lo cual indica que el comportamiento de los datos se ajusta a un modelo lineal. Además, la sensibilidad es de 3,0507, lo que indica que existe una buena proporcionalidad entre la variable de entrada y de salida en unidades de pH.

Adicionalmente, en la Tabla 18 se muestra el análisis de la curva de calibración donde el valor de t experimental es mayor al de t crítica de manera que se rechaza la hipótesis nula; siendo la correlación lineal significativa.

Tabla 18. Resultados análisis de la curva de calibración (pH)

$r^2$	$r$	$t_{obs}$	$t_{crit}$
0,9996	0,9998	49,99	25,45

Fuente: elaboración propia.

**5.4.2 Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

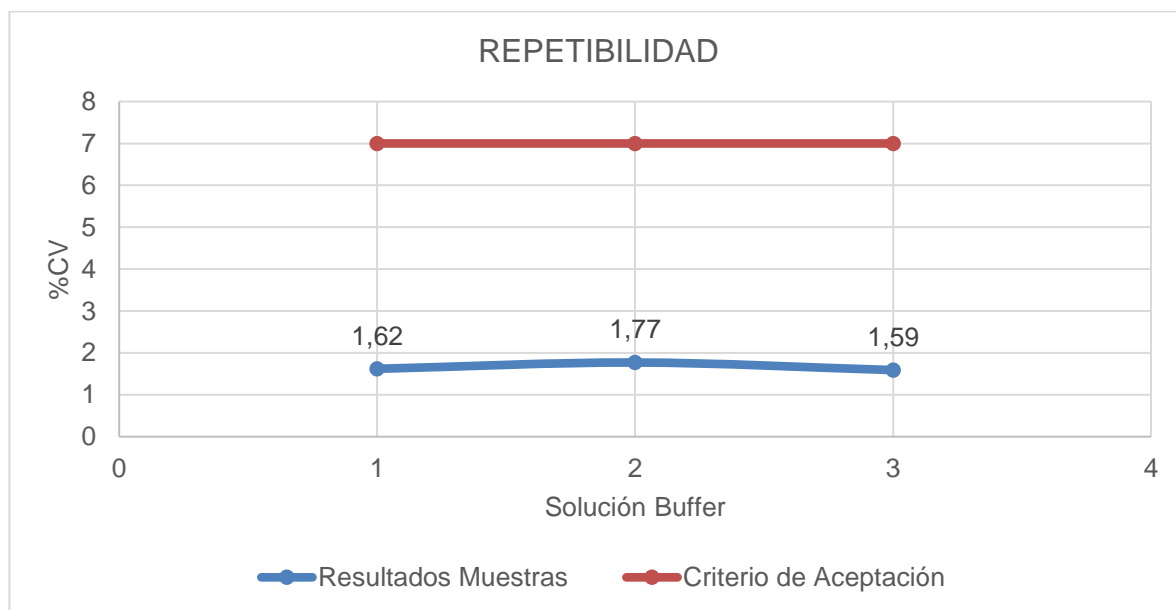
Repetibilidad. En la Tabla 19 se muestran los resultados del cálculo de la exactitud en condiciones de repetibilidad.

Tabla 19. Resultados evaluación estadística repetibilidad (pH).

Solución Buffer	1	2	3
Valor teórico	4	7	10
Promedio	3,92	7,07	10,02
Desviación estándar	0,06	0,13	0,16
%CV	1,62	1,77	1,59

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 14. Repetibilidad (pH)



Fuente: elaboración propia.



De la Gráfica 14 es posible evidenciar que el coeficiente de variación para cada solución buffer se encuentra en el rango de aceptabilidad establecido, donde un valor de 0 -7% indica que el método es preciso bajo las mismas condiciones de operación, siendo 1,62% para un pH de 4, 1,77% para un pH de 7 y 1,59% para un pH de 10.

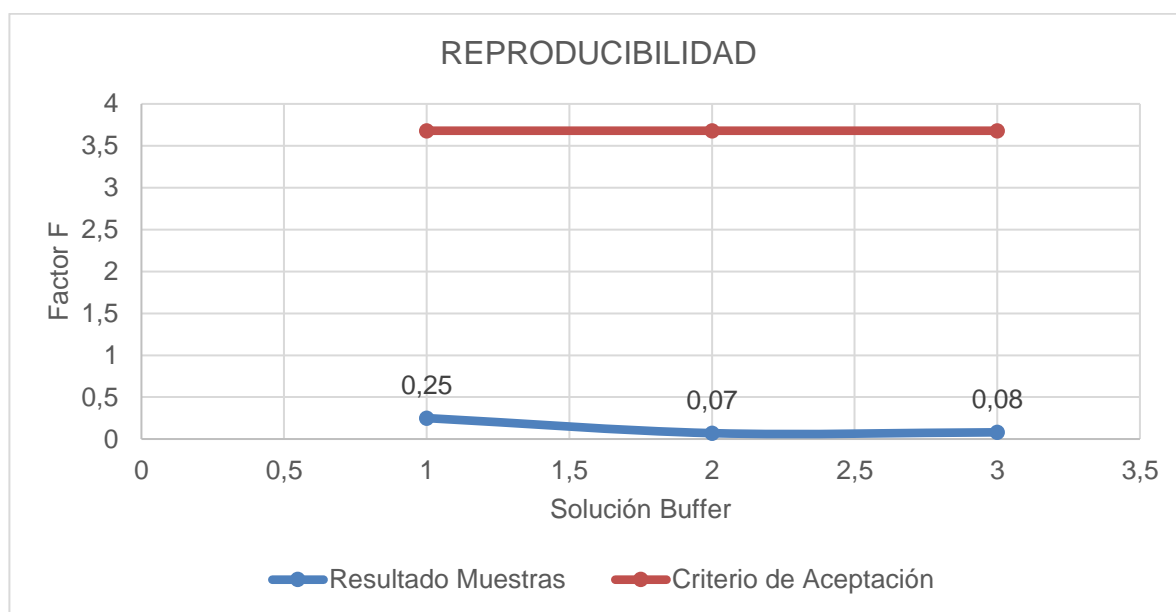
Reproducibilidad. Para la determinación de la precisión en condiciones de reproducibilidad se realiza el análisis de varianza mostrado la Tabla 20.

Tabla 20. Prueba contraste F (pH).

Solución	F experimental	F crítica	Probabilidad
Buffer 1	0,25	3,68	0,78
Buffer 2	0,07	3,68	0,93
Buffer 3	0,08	3,68	0,92

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 15. Reproducibilidad (pH)



Fuente: elaboración propia.

Una vez realizada la prueba de contraste de F, se acepta la hipótesis nula la cual indica que no hay diferencias significativamente estadísticas entre los resultados obtenidos a diferentes condiciones de operación debido a que  $F_{exp} < F_{crit}$ , como se muestra en la Gráfica 15.

**5.4.3 Exactitud.** Para el cálculo del parámetro se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Tabla 21. Intervalo de confianza (pH)

Solución	Intervalo de Confianza		
	Limite Menor	Media Poblacional	Limite Mayor
Buffer 1	3,87	4	3,96
Buffer 2	6,99	7	7,16
Buffer 3	9,91	10	10,12

Fuente: elaboración propia.

Según los límites del intervalo de confianza que se observa en la Tabla 21 es posible determinar que el valor de la media poblacional para la solución buffer 1 no se encuentra dentro del mismo. Sin embargo, teniendo en cuenta la tolerancia del equipo de  $\pm 0,24$  unidades de pH, se evidencia que el intervalo de confianza se ajusta a dicho rango, lo que indica que no existe variación significativa entre el valor real y los resultados experimentales con un alto nivel de confiabilidad.

Por otro lado, para la solución buffer 2 y 3 la media poblacional se encuentra dentro del intervalo calculado, lo cual garantiza de igual manera la exactitud del método.

Adicionalmente, se determina el error relativo con respecto al promedio de los datos como se muestra en la Tabla 22.

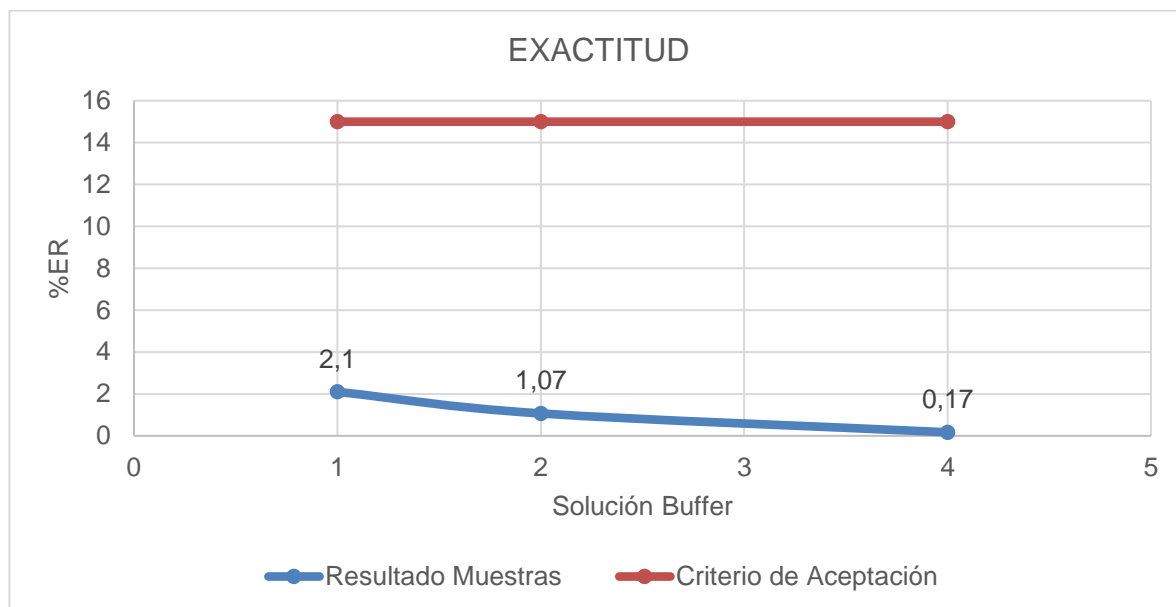
Tabla 22. Error relativo (pH)

Solución	%Error
Buffer 1	2,10
Buffer 2	1,07
Buffer 3	0,17

Fuente: elaboración propia.

En la Gráfica 16 se puede observar de manera detallada que existe una baja diferencia entre los resultados obtenidos y el valor verdadero y con respecto al criterio de aceptación, siendo estos datos menores al 15%.

Gráfica 16. Exactitud (pH)



Fuente: elaboración propia.

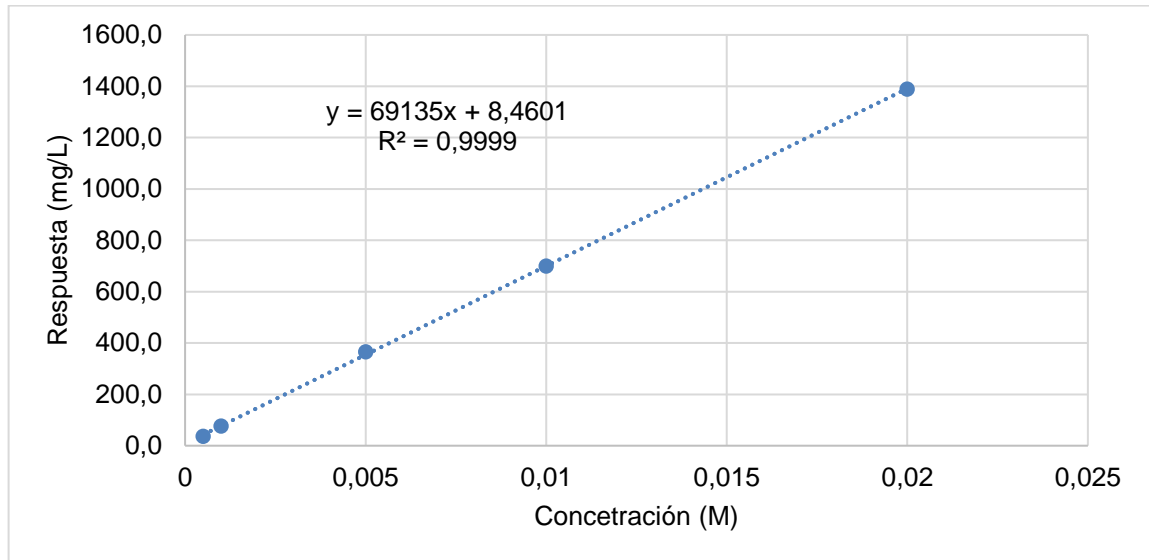
## 5.5 SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS (TDS)

Los parámetros a evaluar para la validación de del pH son Linealidad, Sensibilidad, Precisión y Exactitud.

El intervalo de trabajo empleado para la realización de los ensayos se basa en el procedimiento llevado a cabo por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales, para el cual se toman 4 diferentes concentraciones de la solución patrón de KCl.

**5.5.1 Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con las concentraciones del patrón de referencia de KCl como se muestra a continuación.

Gráfica 17. Curva de calibración (TDS)



Fuente: elaboración propia.

Como se evidencia en la Gráfica 17 el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) garantiza un alto ajuste de los datos, lo cual es un indicativo de la alta linealidad que presenta el método. La sensibilidad determinada es de 69135, lo que indica que hay una buena proporcionalidad entre el incremento de la concentración de KCl y la respuesta instrumental en mg/L.

En la Tabla 23 se muestran los resultados del análisis de la curva de calibración donde se evidencia que el valor de  $t$  experimental es mayor al de  $t$  crítica de manera que se rechaza la hipótesis nula, siendo la correlación lineal significativa

Tabla 23. Resultados análisis de la curva de calibración (TDS)

$r^2$	$r$	$t_{obs}$	$t_{crit}$
0,9999	0,9999	141,4	4,18

Fuente: Elaboración propia.

**5.5.2 Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

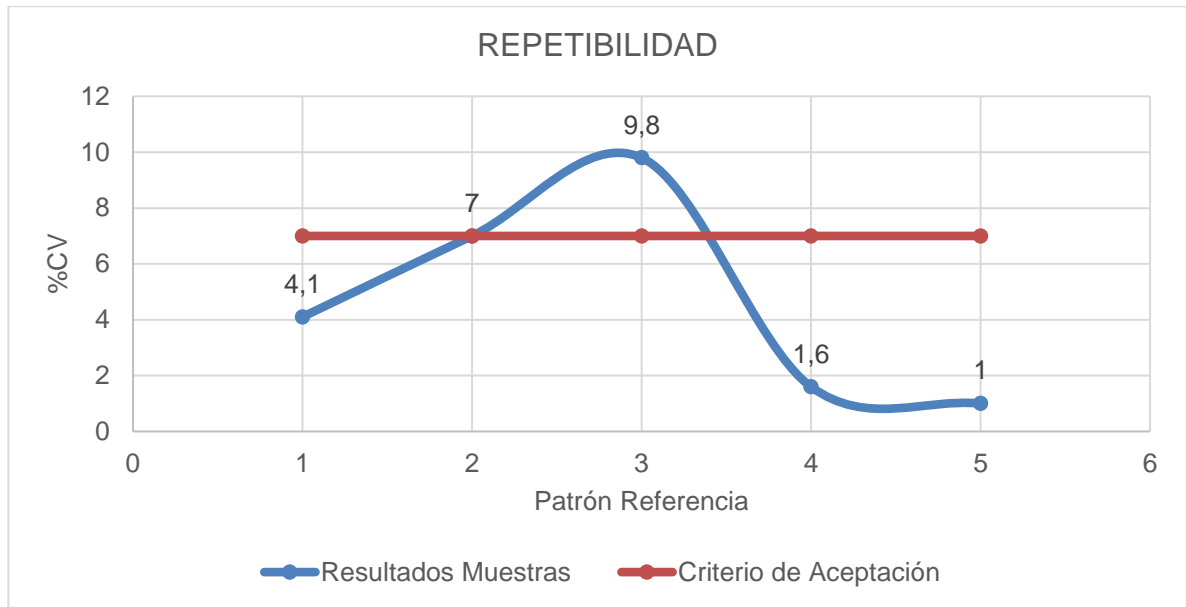
Repetibilidad. En la Tabla 24 se muestran los resultados del cálculo de la exactitud en condiciones de repetibilidad.

Tabla 24. Resultados evaluación estadística repetibilidad (TDS)

<b>Concentración (M)</b>	0,0005	0,001	0,005	0,01	0,02
<b>Valor Teórico (mg/L)</b>	36,7	73,5	357,8	706	1383
<b>Promedio (mg/L)</b>	36,1	75,8	365,4	699,9	1389
<b>Desviación Estándar</b>	1,5	5,3	35,8	11,0	14,0
<b>%CV</b>	4,1	7,0	9,8	1,6	1,0

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 18. Repetibilidad (TDS)



Fuente: elaboración propia.

En la Gráfica 18 se evidencia que el coeficiente de variación para la concentración de 0,005 M se encuentra en un intervalo entre 8 - 14% lo cual indica que el método presenta una precisión aceptable, es decir que no existe una buena homogeneidad entre los resultados lo cual puede radicar en un error en la detección del analito ya sea por errores en la preparación o en la realización de la prueba analítica. Por otro lado, las concentraciones de 0,0005 M, 0,001 M, 0,01 M y 0,02 M son precisas bajo las mismas condiciones de operación.

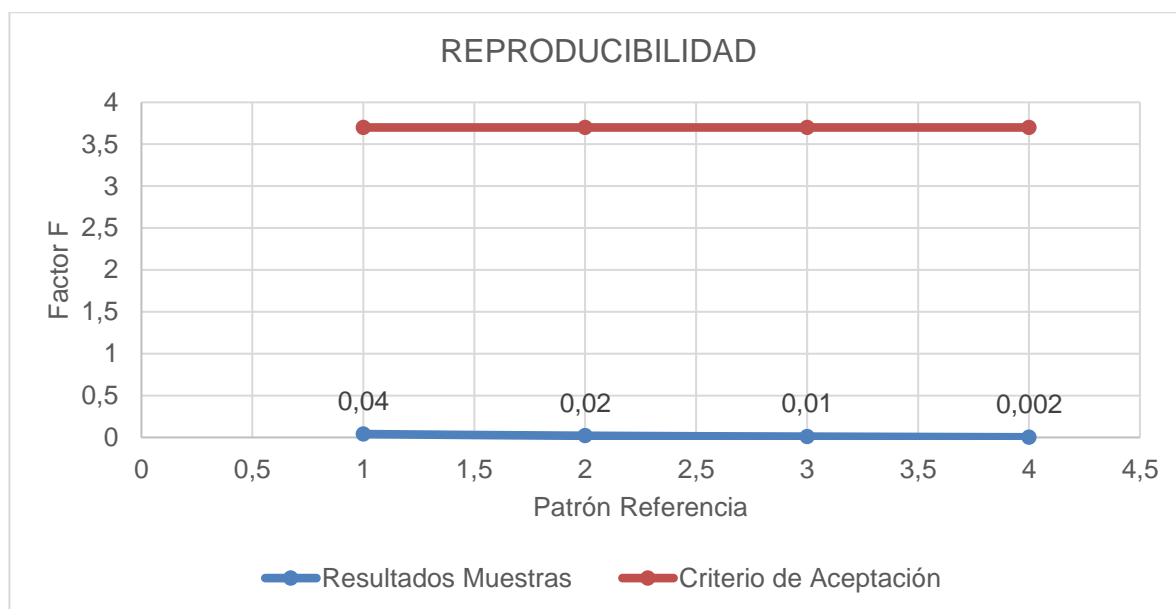
Reproducibilidad: Para la determinación de la precisión en condiciones de reproducibilidad se realiza el análisis de varianza de la Tabla 25.

Tabla 25. Prueba contraste F (TDS)

Concentración (M)	F experimental	F critica	Probabilidad
0,0005	0,04	3,7	1
0,001	0,02	3,7	1
0,005	0,01	3,7	1
0,01	0,002	3,7	1

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 19. Reproducibilidad (TDS)



Fuente: elaboración propia.

Realizando el análisis de F se genera la Gráfica 19 en la cual se determina que no hay diferencias significativas entre los resultados obtenidos por los analistas en el laboratorio debido a que  $F_{exp} < F_{crit}$  manteniéndose este primero en valores muy cercanos a cero.

**5.5.3 Exactitud.** Para el cálculo del parámetro se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Tabla 26. Intervalo de confianza (TDS).

Concentración (M)	Intervalo de Confianza		
	Limite Menor	Media Poblacional	Limite Mayor
0,0005	35,1	36,9	37,1
0,001	72,3	73,5	79,2
0,005	342,2	357,8	388,6

Tabla 26. (Continuación)

Concentración (M)	Intervalo de Confianza		
	Limite Menor	Media Poblacional	Limite Mayor
0,01	692,8	706	707,1
0,02	1379,5	1383	1397,7

Fuente: elaboración propia.

A partir de la Tabla 26 es posible evidenciar que la media poblacional para las diferentes concentraciones de KCl se encuentra dentro del rango calculado lo cual indica que no hay variaciones significativas entre los resultados obtenidos y el valor teórico, con un alto nivel de confiabilidad.

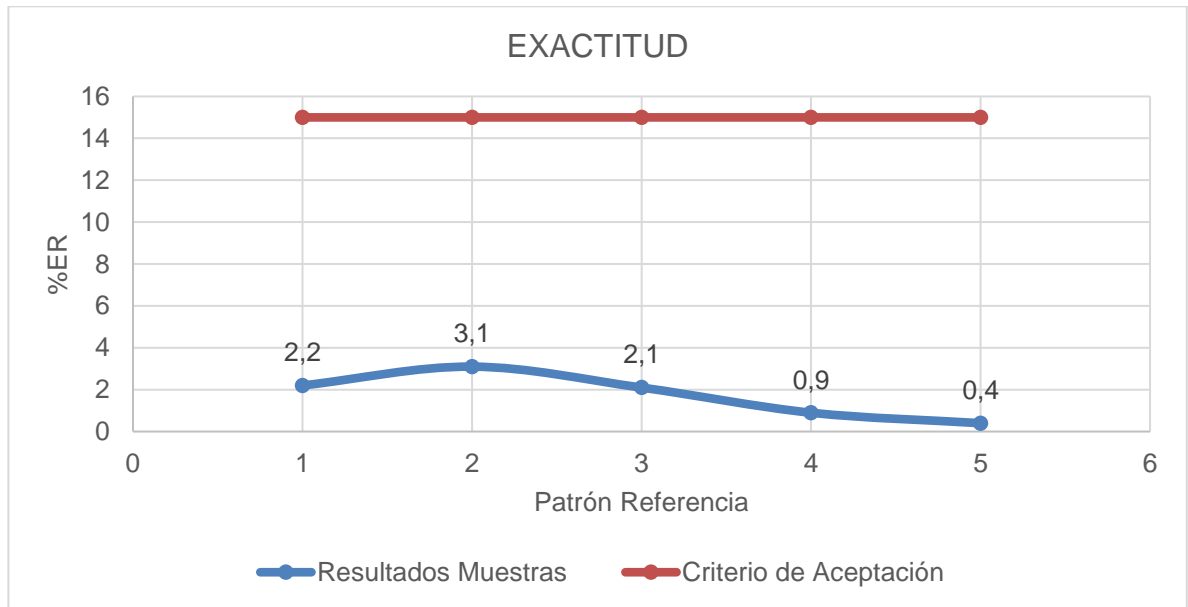
Realizando el cálculo del error, se obtienen los resultados de la Tabla 27.

Tabla 27. Error relativo (TDS).

Concentración (M)	%Error
0,0005	2,2
0,001	3,1
0,005	2,1
0,01	0,9
0,02	0,4

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 20. Exactitud (TDS)



Fuente: elaboración propia.

En la Gráfica 20 se presenta una baja variación entre el resultado experimental y el valor teórico para los sólidos totales disueltos, los cuales se encuentran en un rango entre 0,4 – 3,1%, es decir que cumplen con el criterio de aceptación siendo menores al 15% y ratificando que el método es exacto.

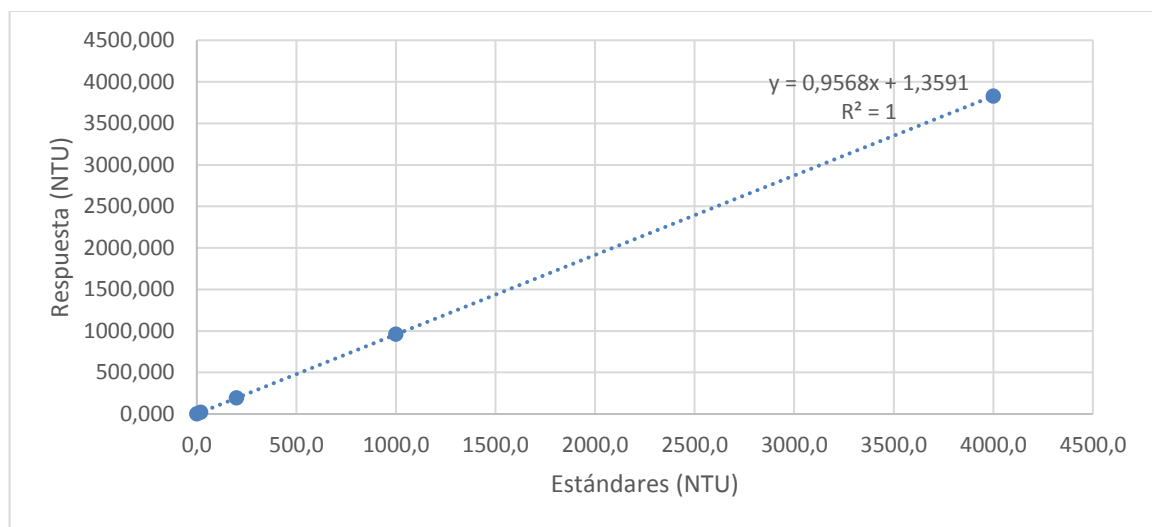
## 5.6 TURBIEDAD

Los parámetros a evaluar para la validación de la Turbidez son Linealidad y Sensibilidad, Precisión y Exactitud.

El intervalo de trabajo está dado por los estándares de Formazina, siendo de valores 0,1 NTU hasta 4000 NTU

**5.6.1 Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con los patrones de referencia a un valor de turbiedad conocida como se muestra a continuación.

Gráfica 21. Curva de calibración (Turbiedad)



Fuente: elaboración propia.

Tomando el coeficiente de determinación ( $R^2$ ) dado por la Gráfica 21, el cual es igual a 1, indica un ajuste perfecto entre los datos, garantizando que el método es altamente lineal. Adicionalmente, la sensibilidad encontrada es de 0,9568, la cual indica una buena proporcionalidad entre los estándares planteados y la respuesta instrumental en valores de NTU.

**5.6.2 Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.



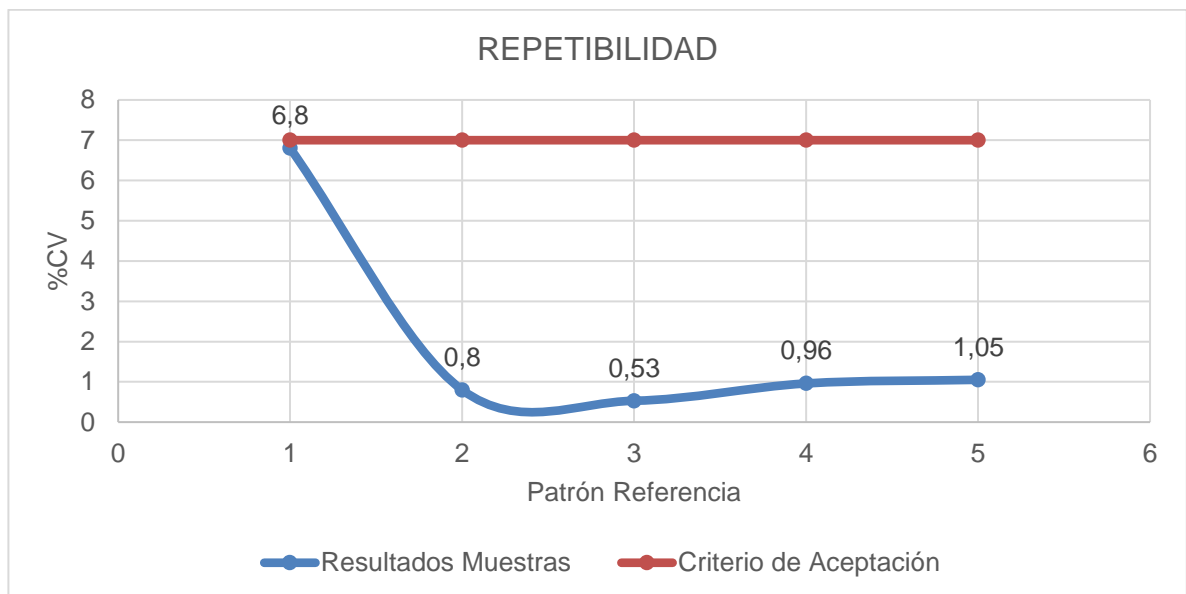
Repetibilidad. En la Tabla 28 se muestran los resultados del cálculo de la exactitud en condiciones de repetibilidad.

Tabla 28. Resultados evaluación estadística (Turbiedad).

Estándar Referencia	1	2	3	4	5
Valor Teórico	0,1	20	200	1000	4000
Promedio	0,09	19,52	193,93	959,80	3828,27
Desviación Estándar	0,01	0,16	1,03	9,25	40,16
%CV	6,80	0,80	0,53	0,96	1,05

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 22. Repetibilidad (Turbiedad)



Fuente: elaboración propia.

La Gráfica 22 muestra que el coeficiente de variación para los estándares de referencia de Formazina se encuentran dentro del rango de aceptabilidad, indicando que la técnica es precisa bajo las mismas condiciones de operación debido a que este cumple con el criterio de aceptación siendo menor al 7%.

Sin embargo, para muestras que registren valores menores o iguales 0,1 NTU es fundamental que sean realizadas por personal altamente capacitado debido a que a estos valores el método es más sensible a errores que puedan afectar la exactitud del mismo.

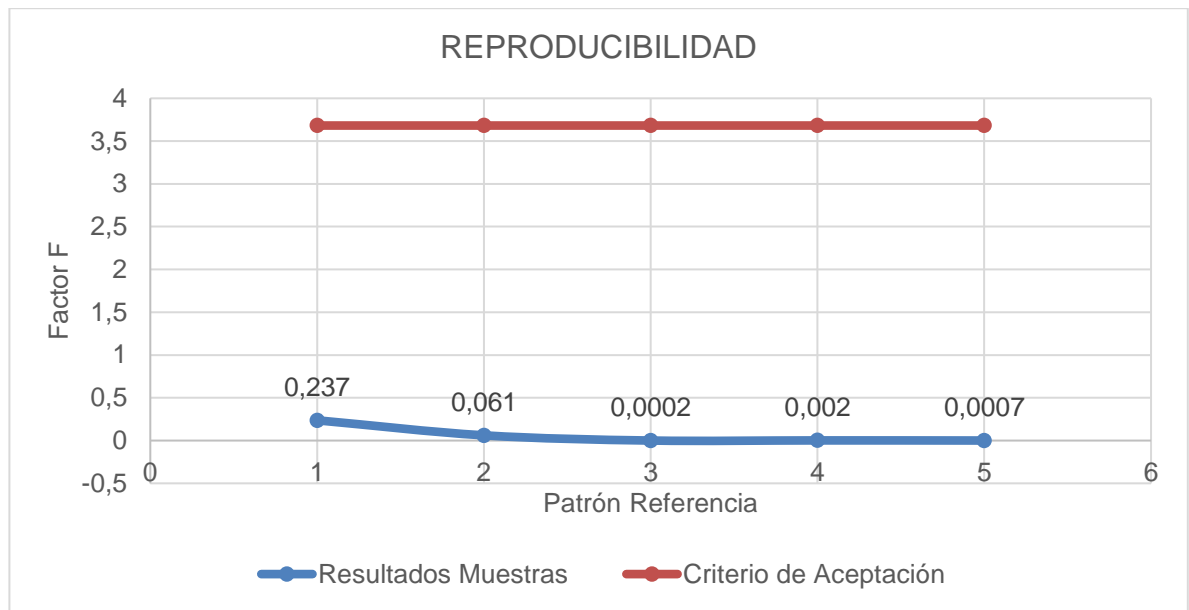
Reproducibilidad. Para la determinación de la precisión en condiciones de reproducibilidad se realiza el análisis de varianza mostrado en la Tabla 29.

Tabla 29. Prueba contraste F (Turbiedad).

Estándar Referencia	F experimental	F critica	Probabilidad
1	0,237	3,682	0,792
2	0,061	3,682	0,941
3	0,0002	3,682	0,999
4	0,002	3,682	0,998
5	0,0007	3,682	0,999

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 23. Reproducibilidad (Turbiedad)



Fuente: elaboración propia.

Realizando el análisis de F se determina que no hay diferencias significativas entre los resultados obtenidos por los analistas en el laboratorio como se muestra en la Gráfica 23, debido a que el valor de  $F_{exp} < F_{crit}$  cumpliendo así con el criterio de aceptación planteado para considerar el método exacto bajo condiciones de reproducibilidad.

**5.6.3 Exactitud.** Para el cálculo del parámetro se determina el intervalo de confianza y el error relativo de los resultados obtenidos experimentalmente.

Tabla 30. Intervalo de confianza (Turbiedad).

Estándar Referencia	Intervalo de Confianza		
	Limite Menor	Media Poblacional	Limite Mayor
1	0,08	0,1	0,09
2	19,42	20	19,62
3	193,26	200	194,60
4	953,80	1000	965,80
5	3802,24	4000	3854,29

Fuente: elaboración propia.

Como se observa en los resultados obtenidos en la Tabla 30, el valor de la media para cada estándar de referencia no se encuentra dentro del intervalo de confianza calculado, sin embargo, teniendo en cuenta la tolerancia del equipo de  $\pm 5\%$ , el rango se ajusta indicando que el método es exacto bajo las condiciones experimentales planteadas, debido a que se cumple con la especificación planteada.

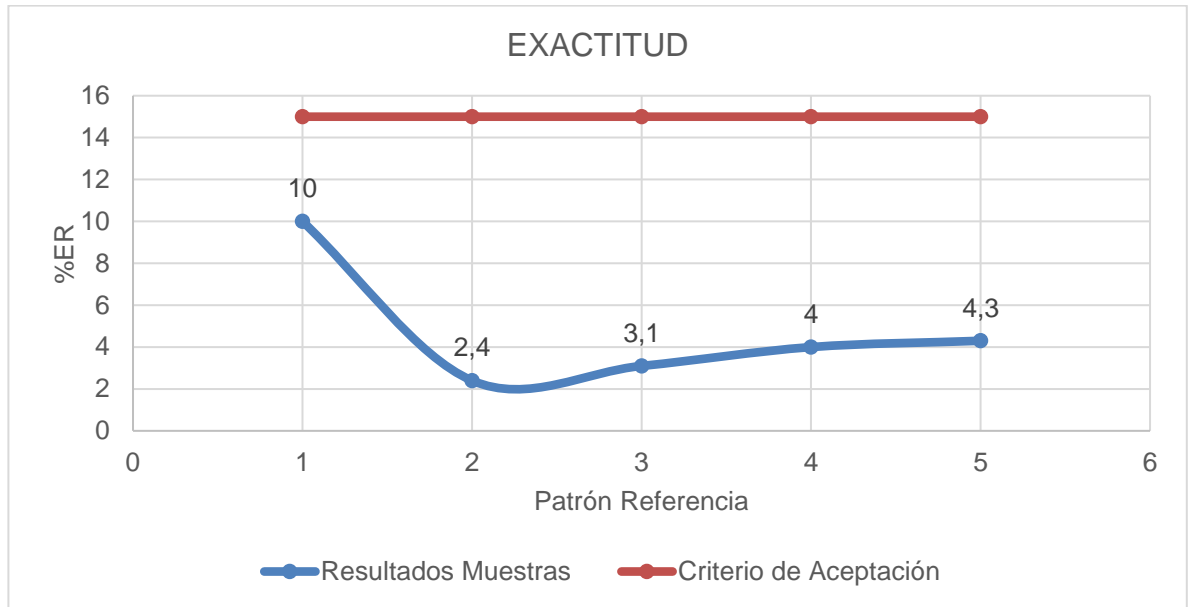
Al realizar el cálculo del error, se obtienen los resultados de la Tabla 31.

Tabla 31. Error relativo (Turbiedad)

Estándar Referencia	%Error
1	10
2	2,4
3	3,1
4	4,0
5	4,3

Fuente: elaboración propia

Gráfica 24. Exactitud (Turbiedad)



Fuente: elaboración propia.

De la Gráfica 24 es posible evidenciar que se presenta una baja variación entre los resultados obtenidos y el valor teórico debido a que los valores del %ER son menores al 15%, cumpliendo de esta manera con el criterio de aceptación planteado.

Adicionalmente, para muestras que presenten valores de NTU menores o iguales a 0,1, es importante seguir las especificaciones pertinentes para no afectar la exactitud del método debido a que a estos valores el método presenta una mayor sensibilidad a los posibles errores.

## **6. DOCUMENTACIÓN DEL PROCESO DE VALIDACIÓN**

La documentación generada en el proceso de validación corresponde principalmente a protocolos e informes que sirven como base para los futuros procesos de acreditación en los que desee participar la compañía. Adicionalmente, estos documentos proporcionan los lineamientos para llevar a cabo la validación de los métodos físico-químicos de manera periódica como lo establece la norma ISO 17025:2017.

### **6.1 PROTOCOLOS DE VALIDACIÓN**

Los protocolos de validación se generan con el objetivo de proporcionar a la empresa una documentación adecuada y de fácil comprensión que pueda ser utilizada para los procedimientos de validación o revalidación requeridos a futuro. Esta documentación está conformada por los ítems evidenciados a continuación.

- Objetivo
- Alcance
- Responsabilidad
- Reactivos, materiales y equipos
- Metodología de validación
- Parámetros estadísticos
- Revisión y aprobación

Los protocolos generados durante el presente proyecto de investigación se encuentran en el Anexo F.

### **6.2 INFORMES**

Los informes corresponden a los resultados de los protocolos de validación una vez han sido ejecutados, y es necesario que se generen posterior a cada procedimiento de validación o revalidación. En estos es posible evidenciar la validez de cada método, los parámetros y condiciones bajo las cuales es reproducible el mismo, y los comentarios, sugerencias e información relevante a la validación.

## 7. CONCLUSIONES

- En la fase de diagnóstico del estado actual del laboratorio se encuentran oportunidades de mejora con respecto a la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017 debido a que no hay un control de las condiciones ambientales, se encuentran diferencias significativas en la manera de realización de los análisis por parte personal y es necesario realizar un seguimiento exhaustivo a aquellos equipos que presentan poca exactitud
- Las acciones correctivas realizadas conforme a la norma NTC-ISO/IEC 17025:2017 y a los procedimientos descritos en el Standard Methods para la calidad de agua potable constan de un plan de capacitación para el personal encargado, basado principalmente el desarrollo de los métodos analíticos; adicionalmente, se realiza la revisión de los equipos y materiales utilizados con el objetivo de efectuar la validación con un alto nivel de confiabilidad.
- Como resultado de la evaluación estadística, se determina la validez del método de Alcalinidad, debido a que el comportamiento de sus datos se ajusta a un modelo lineal con un coeficiente de correlación de 0,9995. Los límites de detección y cuantificación son de 1,62 y 5,39 respectivamente. Además, es preciso ya que en condiciones de repetibilidad el %CV es menor al 7%, encontrándose entre 3,03 - 4,6; y en condiciones de reproducibilidad el factor de Fisher experimental es menor al teórico siendo este último de 3,682. Por último, es exacto como consecuencia de una pequeña variación entre el valor real y los datos experimentales calculada por medio del error relativo el que está en un rango de 0,05 – 2,4%.
- El método de la Conductividad es válido ya que presenta un ajuste lineal entre los resultados obtenidos y las concentraciones planteadas con un coeficiente de correlación de 0,9999. Es preciso bajo condiciones de repetibilidad debido a que el %CV está entre un rango de 0,5 - 5%; además, en condiciones de reproducibilidad el valor de F experimental es menor al valor teórico. Finalmente, es exacto dado que el error relativo calculado es menor al 15%, el cual se encuentra entre 0,2 y 2,5%.
- Se infiere que la técnica de Dureza es válida inicialmente como resultado de una tendencia lineal entre los resultados, obteniendo un coeficiente de correlación de 0,9992. Los límites de detección y cuantificación son de 10,64 y 35,46 respectivamente. Por otra parte, bajo las mismas condiciones de operación se obtiene un %CV entre 1,81 y 5,75; y variando las condiciones de operación se obtiene un rango de 0,001 - 0,018 para el valor de F experimental el cual es menor al valor teórico, indicando que el método es preciso. Para finalizar, se presenta un error relativo para las diferentes

concentraciones entre 0,18 y 3,88, siendo exacto para las circunstancias experimentales planteadas.

- El método analítico para la determinación de pH cumple con los criterios de aceptación de la validación a causa de que el coeficiente de correlación es de 0,9998, lo cual indica que se presenta un ajuste lineal de los resultados obtenidos. Se determina que es preciso en condiciones de repetibilidad debido a que el coeficiente de variación de las soluciones buffer se encuentra entre 1,59 y 1,77%; así mismo, en condiciones de reproducibilidad los valores de F experimental oscilan entre 0,07 y 0,25, siendo menores a 3,682, correspondiente al factor de Fisher teórico. Por último, el análisis es exacto como consecuencia de una pequeña variación en el error relativo entre los valores reales y los resultados hallados, los cuales se encuentran en un rango de 0,17 - 2,10%.
- De igual manera, la técnica de Sólidos Totales Disueltos utilizada en el laboratorio es válida, en primera instancia al comprobar la linealidad del método, la cual presenta un buen ajuste entre los resultados y las concentraciones de KCl planteadas con un coeficiente de correlación de 0,9999. En cuanto a la precisión, se determina que, en condiciones de repetibilidad para las concentraciones de 0,02, 0,01, 0,001 y 0,0005 M, se presenta un %CV entre 1 y 7 para lo cual indica una alta precisión; sin embargo, para la concentración de 0,005 M el coeficiente de variación es de 9,8, lo que hace referencia a una precisión aceptable. En cuanto a la exactitud, se evidencia que el error relativo es menor al 15%, encontrándose dentro de un rango entre 0,1 - 4%.
- Se determina la validez del método de Turbiedad, como consecuencia de un perfecto ajuste lineal de los resultados obtenidos en la validación comprobada por el coeficiente de determinación igual a 1. Además, se asume la precisión del mismo, debido a que el coeficiente de variación para los diferentes estándares de referencia se encuentra entre 0,53 y 6,8% el cual es menor al 7% del criterio de aceptación planteado para las mismas condiciones de operación; de igual manera, el factor de Fisher calculado es menor al valor teórico siendo el rango  $0,0002-0,237 < 3,682$ . Finalmente, la técnica presenta una buena exactitud ya que el porcentaje del error relativo oscila en un rango de 2,4 - 10%.
- Se genera la documentación correspondiente a los protocolos de validación para cada uno de los métodos físico-químicos realizados en el laboratorio, en los cuales se estipulan los requerimientos necesarios para llevar a cabo la determinación de las técnicas con un alto nivel de confiabilidad siguiendo los estándares de la norma TC-ISO/IEC 17025:2017; así mismo se deja a

disposición de la compañía de manera que puedan ser verificados y consultados.



## 8. RECOMENDACIONES

- Se recomienda llevar a cabo la validación de los demás métodos realizados para garantizar la calidad del agua potable, utilizando los procedimientos del presente proyecto, teniendo en cuenta las especificaciones de la norma NTC-ISO/IEC 17025 con el fin de lograr la futura certificación del laboratorio.
- Realizar capacitaciones periódicas al personal técnico del laboratorio con el propósito de mitigar errores en la aplicación de las técnicas analíticas.
- Realizar una verificación periódica de la validación desarrollada a los métodos físico-químicos cuando se presenten variaciones en las condiciones de operación previamente establecidas, así mismo de los protocolos para asegurar la mejora continua del laboratorio.
- Si se requiere revalidar la linealidad y sensibilidad del método físico-químico para la determinación de pH adicionar patrones de referencia a valores de pH=1 y pH=14.

## BIBLIOGRAFÍA

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER ENVIRONMENT FEDERATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 2017. 23rd edition

Glosario Química Analítica. [En línea]. [Consultado en 3 de junio de 2019]. Disponible en: <https://glosarios.servidor-alicante.com/quimica-analitica/alicuota>

CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA. Guía para la validación y la verificación de los procedimientos de examen cuantitativos empleados por el laboratorio clínico. México. 2008

COLOMBIA. INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES. pH en agua por electrometría. Versión 3. 2007.

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD. Guía de validación de métodos analíticos. [en línea]. [Consultado en 13 de marzo de 2019. Disponible en internet: <https://www.ministeriodesalud.go.cr/index.php/biblioteca-de-archivos/tramites/registro-de-productos-de-interes-sanitario/medicamentos-1/documentos-de-interes-3/guias-de-registro-medicamentos/2472-guia-de-validacion-de-metodos-analiticos/file>

CORREDOR, Yaieth y RAMÍREZ, Lucelly. Validación de Técnicas de Análisis para Dureza Total y Turbiedad en el Laboratorio de Control de Calidad de la empresa de Acueducto y Alcantarillado del Municipio De Ibagué Ibal S.A E.S.P. Ibagué. Universidad Nacional Abierta y a Distancia .2015.

DEPARTAMENTO ADMINISTRATIVO NACIONAL DE ESTADÍSTICA (DANE). Estimación e Interpretación del Coeficiente de Variación. 2008.

El Ouchy M., et al. Analytical validation of method for control of pH and electrical conductivity. Journal of Chemical and Pharmaceutical Research. 2016.

GARCIA, Encarnación. Optimización, validación y modelización de un proceso de fabricación de comprimidos. Desarrollo de una aplicación interactiva multimedia. 2001. [En línea]. [Consultado en 15 de diciembre de 2018]. Disponible en: <https://www.tesisenred.net/bitstream/handle/10803/1608/TOL82A.pdf>

HYDRO TECNOLOGIA Y SOLUCIONES S.A de C.V, Pureza de agua para Laboratorios, HPLC, Hemodiálisis y CEYE. [En línea]. [Consultado en 13 de diciembre de 2018]. Disponible en: <http://www.elhospital.com/temas/Pureza-de-agua-paraLaboratorios,-HPLC,-Hemodialisis-y-CEYE+104660>

ING. PADILLA D., GERMÁN E., et al. Manual de Procedimientos de Análisis de Agua. Managua, Nicaragua. 2010.

INSTITUTO DE SALUD PÚBLICA. Guía técnica para realización de la validación de métodos de ensayo. Santiago de Chile. 2015.

\_\_\_\_\_. Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: aspectos generales sobre la validación de métodos. Santiago de Chile. 2010.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Compendio de normas para trabajos escritos. NTC-1486-6166. Bogotá D.C.: El instituto, 2018. ISBN9789588585673, 15 p.

\_\_\_\_\_. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. ISO/IEC 17025. Bogotá: ICONTEC, 2017.

INSTITUTO NACIONAL DE SALUD. Manual de métodos fisicoquímicos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. 2011. [en línea]. [Consultado en 07 de febrero de 2019]. Disponible en internet: <https://www.ins.gov.co/sivicap/Documentacin%20SIVICAP/2011%20Manual%20an%20alisis%20fisico%20quimico%20aguas.pdf>

INSTITUTO NACIONAL DE VIGILANCIA DE MEDICAMENTOS Y ALIMENTOS. Validación de técnicas analíticas. [en línea]. 2015. [Consultado en 20 de marzo de 2019]. Disponible en internet: <https://www.invima.gov.co/images/pdf/intranet/s-medicamentos-y-productos/Memorias%20virtuales%20de%20nuestros%20objetivo/VALIDACION%20DE%20TECNICAS%20ANALITICAS.pdf>

MEDINA Aldevia, et al. Agua para uso en laboratorios. [En línea]. [Consultado en 13 de diciembre de 2018]. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223017807002>

MILLER, James N. y MILLER, Jane C. Estadística y Quimiometría para Química Analítica. 4 ed. Madrid: Pearson Education SA, 2002. 296 p. ISBN 84-205-3514-1.

MONTGOMERY, Douglas. Diseño y análisis de experimentos. 2 ed. México: Editorial LimusaWiley, 2004. 686 p. ISBN 968-18-6156-6.

OFICINA DE LAS NACIONES UNIDAS CONTRA LA DROGA Y EL DELITO. Directrices para la validación de métodos analíticos y la calibración del equipo utilizado para el análisis de drogas ilícitas en materiales incautados y especímenes biológicos. Nueva York. 2010.

ORGANIZACIÓN PANAMERICANA DE LA SALUD. Guías para la calidad del agua potable. Washington D.C.: OMS, 1985. Vol 3. p. 11.

PEREZ S., José D. Validación de las técnicas analíticas de Alcalinidad, Cloruros y pH de la EAAAM-ESP. Bogotá. Universidad de América. 2018.

RODRÍGUEZ, Ruben. Norma ISO/IEC 17025:2017: Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de prueba y calibración. [en línea]. 2013. [Consultado en 13 de diciembre de 2018]. Disponible en internet: <<http://rekner.com/norma-iso-iec-170252017-requisitos-generales-para-la-competencia-de-los-laboratorios-de-calibracion-y-ensayo-2/>>

RUEDA DIMATE, Claudia. Propuesta para la implementación de la norma NTC-ISO/IEC 17025:05, para el laboratorio de análisis de aceite de distribuidora Nissan y John Deere Colombia. Bogotá. Universidad de América. 2012

SIERRA A., Isabel, et al. Análisis Instrumental. España: NETBIBLO, S.L. 2010. 230 p. ISBN 978-84-9745-377-6

# **ANEXOS**

## ANEXO A. EVALUACIONES PLAN DE CAPACITACIÓN

EVALUACIÓN A CAPACITACIÓN  
OCRH-15-006-F1-V4  
DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD

Unidad Operativa: \_\_\_\_\_

Programa: \_\_\_\_\_

Tema: \_\_\_\_\_

Nombre: .....

Fecha: ..... Cargo: .....

Empresa: .....

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las preguntas a continuación y marca con una "X" la respuesta que consideres correcta. Cada una de ellas cuenta con una **ÚNICA** respuesta.

1. ¿Qué cantidad de Naranja de Metilo debe ser agregado a la muestra?

- a) 10 gotas
- b) 20 ~~ml.~~
- c) 2 gotas
- d) 6 ~~ml.~~

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las afirmaciones y escribe en la casilla correspondiente "V" si consideras la afirmación como verdadera, o "F" si consideras la afirmación como falsa.

2.

Afirmación	V / F
a) La titulación de la muestra se debe realizar con H2SO4	
b) La muestra toma una coloración verde luego de ser titulada	
c) La muestra se deposita en un vaso desechable para ser titulada.	
d) El volumen consumido debe ser multiplicado por 10 para obtener la alcalinidad.	

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente la(s) pregunta(s) y escribe la respuesta que consideres correcta.

3. ¿Qué cambio de coloración debe ser observado en el procedimiento de determinación de Alcalinidad?

**EVALUACIÓN A CAPACITACIÓN**  
**OCRH-15-006-F1-V4**  
**MEDICIÓN DE CONDUCTIVIDAD Y SOLIDOS DISUELTOS TOTALES**

Unidad Operativa: \_\_\_\_\_

Programa: \_\_\_\_\_

Tema: \_\_\_\_\_

Nombre: .....  
 Fecha: ..... Cargo: .....  
 Empresa: .....

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las preguntas a continuación y marca con una "X" la respuesta que consideres correcta. Cada una de ellas cuenta con una **UNICA** respuesta.

1. Después de la medición, la celda se debe limpiar con
- a) Soda caustica
  - b) Etanol
  - c) Agua destilada
  - d) Ninguna de las anteriores

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las preguntas a continuación y marca con una "X" la respuesta que consideres correcta. Cada una de ellas cuenta con una **UNICA** respuesta.

2. Si se presentan burbujas en el interior de la celda
- a) Golpear suavemente la celda
  - b) Dejar en reposo hasta que desaparezcan
  - c) Agitar fuertemente la celda
  - d) Todas las anteriores

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las afirmaciones y escribe en la casilla correspondiente "V" si consideras la afirmación como verdadera, o "F" si consideras la afirmación como falsa.

Afirmación	V / F
a) Si la celda contiene burbujas en su interior, continuar con la medición	
b) Sumergir la celda en la muestra 2 o 3 veces para asegurar la humectación	
c) La temperatura de la muestra debe estar a $25 \pm 0.1$ °C	

**EVALUACIÓN A CAPACITACIÓN**  
**OCRH-15-006-F1-V4**  
**DETERMINACIÓN DE DUREZA**

Unidad Operativa: \_\_\_\_\_

Programa: \_\_\_\_\_

Tema: \_\_\_\_\_

Nombre: .....

Fecha: ..... Cargo: .....

Empresa: .....

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las preguntas a continuación y marca con una "X" la respuesta que consideres correcta. Cada una de ellas cuenta con una **ÚNICA** respuesta.

4. ¿Qué reactivo NO es usado en el método de determinación de Dureza?

- a) EDTA
- b) Ácido Sulfúrico
- c) Negro de Eriocromo
- d) Tiosulfato de Sodio

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las afirmaciones y escribe en la casilla correspondiente "V" si consideras la afirmación como verdadera, o "F" si consideras la afirmación como falsa.

5.

Afirmación	V / F
a) Para el cálculo de la dureza la muestra debe tomar una coloración azul.	
b) El pH de la muestra puede ser ajustado con Hidróxido de Amonio 1.7%.	
c) La muestra se titula con Cloruro de Sodio.	
d) El procedimiento se debe llevar a cabo depositando la muestra en un Erlenmeyer.	

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente la(s) pregunta(s) y escribe la respuesta que consideres correcta.

6. ¿Qué cambio de coloración debe ser observado en el procedimiento de determinación de Dureza?



**EVALUACIÓN A CAPACITACIÓN**  
**OCRH-15-006-F1-V4**  
**MEDICIÓN DE PH**

Unidad Operativa: \_\_\_\_\_

Programa: \_\_\_\_\_

Tema: \_\_\_\_\_

Nombre: .....

Fecha: ..... Cargo: .....

Empresa: .....

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las preguntas a continuación y marca con una "X" la respuesta que consideres correcta. Cada una de ellas cuenta con una **ÚNICA** respuesta.

1. ¿En qué sustancia se deben almacenar los electrodos del pH metro?

- a) Agua destilada
- b) Cloruro de Potasio KCl
- c) Cloro
- d) Ninguna de las anteriores

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las afirmaciones y escribe en la casilla correspondiente "V" si consideras la afirmación como verdadera, o "F" si consideras la afirmación como falsa.

2.

Afirmación	V / F
a) La muestra se analiza en un vaso de precipitado	
b) colocar los electrodos en soluciones deshidratantes o que puedan disolver el vidrio	
c) Dejar en reposo el pH metro por 1 minuto antes de la lectura	
d) Dejar en reposo el pH metro por 1 minuto antes de la lectura	

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente la(s) pregunta(s) y escribe la respuesta que consideres correcta.

3. ¿Por qué es importante limpiar los electrodos del pH metro con agua destilada?

EVALUACIÓN A CAPACITACIÓN  
OCRH-15-006-F1-V4  
MEDICIÓN TURBIEDAD

Unidad Operativa: \_\_\_\_\_

Programa: \_\_\_\_\_

Tema: \_\_\_\_\_

Nombre: .....

Fecha: ..... Cargo: .....

Empresa: .....

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las preguntas a continuación y marca con una "X" las respuestas que consideres correctas.

1. Para limpiar las celdas se necesita

- a) Detergente suave
- b) Acetona
- c) Acido suave
- d) Agua destilada

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente las afirmaciones y escribe en la casilla correspondiente "V" si consideras la afirmación como verdadera, o "F" si consideras la afirmación como falsa.

2.

Afirmación	V / F
a) Analizar las muestras tan pronto como sea posible después de su recolección	
b) Purgar una celda con la muestra a analizar	
c) Limpiar la superficie exterior de la celda con una toalla sin pelusa	

**Instrucciones.** Lee cuidadosamente la(s) pregunta(s) y escribe la respuesta que consideres correcta.

3. ¿Por qué se debe medir la turbidez de manera inmediata?

**ANEXO B.  
RESULTADOS EVALUACIONES PLAN DE CAPACITACIÓN**

<b>Método</b>	<b>Analista</b>	<b>Puntaje</b>	<b>Resultado</b>
Alcalinidad	Fernando pineda	6/6	Aprobado
	Omar Córdoba	5/6	Aprobado
	Miguel Beltrán	5/6	Aprobado
Conductividad y sólidos totales disueltos	Fernando pineda	5/5	Aprobado
	Omar Córdoba	5/5	Aprobado
	Miguel Beltrán	5/5	Aprobado
Dureza	Fernando pineda	6/6	Aprobado
	Omar Córdoba	5/6	Aprobado
	Miguel Beltrán	6/6	Aprobado
pH	Fernando pineda	6/6	Aprobado
	Omar Córdoba	6/6	Aprobado
	Miguel Beltrán	6/6	Aprobado
Turbiedad	Fernando pineda	4/5	Aprobado
	Omar Córdoba	4/5	Aprobado
	Miguel Beltrán	5/5	Aprobado

Fuente: elaboración propia.

**ANEXO C.  
RESULTADOS INSTRUMENTALES**

Tabla 32. Resultados instrumentales (Alcalinidad).

Patrón Referencia	Replica	Resultado (mL)					Promedio (mL)	mg/L CaCO <sub>3</sub>
1	1	4,21	4,24	4,29	4,25	3,82	4,08	40,75
	2	3,97	4,27	4,08	4,15	3,87		
	3	4,11	3,99	3,88	4,09	4,06		
2	1	5,21	5,47	5,36	5,24	5,54	5,47	54,65
	2	5,67	5,43	5,64	5,68	5,49		
	3	5,43	5,23	5,42	5,69	5,48		
3	1	8,33	8,09	7,89	8,07	8,24	8,05	80,45
	2	7,92	7,56	7,91	7,60	8,01		
	3	8,07	8,32	8,06	8,26	8,35		
4	1	10,50	10,54	10,06	10,51	10,37	10,24	102,43
	2	10,24	10,58	10,18	9,98	10,42		
	3	9,97	9,39	10,17	10,24	10,50		
5	1	12,26	12,05	12,24	12,13	11,80	11,99	119,95
	2	11,24	13,26	12,71	11,07	11,82		
	3	11,98	11,48	11,58	12,04	12,26		
Blanco	1	2	2	1,8	1,7	2,2	1,89	18,93
	2	2	1,8	1,8	1,7	1,7		
	3	2	1,9	2	2	1,8		

Fuente: elaboración propia.

Tabla 33. Resultados instrumentales (Conductividad).

Concentración (M)	Réplica	Resultado Conductividad (µs/cm)					Promedio (µs/cm)
0,0005	1	71,5	72	71,7	71,9	71,9	72,9
	2	75,8	71	73,2	72,9	72,9	
	3	71,8	76,7	71,7	76,5	72	
0,001	1	144,2	144,6	144	144	143,2	150,6
	2	157	163,8	149	145,5	154	
	3	145,7	153	162	158	151	
0,005	1	759	771	749	758	770	727,8
	2	689	677	678	680	679	
	3	749	746	733,4	727	752	
0,01	1	1389	1392	1417	1398	1411	1402,4
	2	1397	1417	1433	1401	1394	
	3	1386	1415	1396	1416	1396	

Tabla 33. (Continuación)

	1	2763	2763	2762	2729	2762	
0.02	2	2775	2762	2782	2768	2746	2759
	3	2734	2768	2763	2754	2754	

Fuente: elaboración propia

Tabla 34. Resultados instrumentales (Dureza)

Patrón Referencia	Replica	Resultado (mL)					Promedio (mL)	mg/L CaCO <sub>3</sub>
1	1	2,89	2,93	3,12	2,89	2,96	2,88	57,67
	2	3,00	3,10	3,08	2,66	2,67		
	3	2,85	2,87	2,65	2,97	2,63		
2	1	3,83	4,16	4,15	4,15	4,11	4,18	83,63
	2	4,28	4,22	4,36	4,28	4,17		
	3	4,31	4,14	4,15	4,27	4,16		
3	1	6,02	6,21	6,03	6,11	5,99	6,06	121,21
	2	5,94	5,97	6,18	5,96	6,09		
	3	6,08	5,95	5,95	6,19	6,27		
4	1	7,34	7,56	8,14	8,37	7,65	7,85	157,04
	2	7,43	8,17	7,63	8,27	7,67		
	3	7,10	8,23	7,64	8,15	8,45		
5	1	9,63	8,99	8,67	8,73	9,71	8,98	179,67
	2	8,62	8,69	8,89	8,60	8,93		
	3	8,67	8,70	9,61	9,65	8,68		
Blanco	1	1,71	1,56	1,76	1,72	1,79	1,56	31,17
	2	1,72	1,73	1,57	1,40	1,57		
	3	1,40	1,44	1,38	1,43	1,20		

Fuente: elaboración propia.

Tabla 35. Resultados instrumentales (pH).

Solución	Réplica	Resultado pH					Promedio
Buffer 1	1	3,95	3,97	3,97	3,96	3,95	3,92
	2	3,81	3,86	3,8	3,89	3,85	
	3	3,92	3,98	3,99	3,96	3,84	
Buffer 2	1	7,2	7,18	7,19	6,92	7,15	7,07
	2	7,12	6,91	7,15	7,14	6,9	
	3	7,16	7,13	6,9	6,9	7,17	
Buffer 3	1	9,98	9,99	9,99	9,97	9,99	10,02
	2	9,88	10,3	9,89	10,32	9,93	
	3	10,33	9,94	9,9	9,96	9,89	

Fuente: elaboración propia.

Tabla 36. Resultados instrumentales (TDS).

Concentración (M)	Réplica	Resultado TDS (mg/L)					Promedio (mg/L)
0,0005	1	34,7	34,8	34,5	34,7	34,7	35,3
	2	34,8	36,9	36,8	35,7	35,6	
	3	35,6	36,7	34,5	34,1	34,7	
0,001	1	70,75	70,85	70,55	70,65	69,75	75,8
	2	83,55	75,25	75,55	72,05	80,45	
	3	72,25	79,45	83,45	84,45	77,45	
0,005	1	397,75	407,85	390,95	399,75	410,05	365,4
	2	331,35	319,35	320,75	322,25	321,05	
	3	390,75	388,25	375,55	369,15	336	
0,01	1	686,3	718	693,5	695,2	717	698,7
	2	709	677	689	700	697	
	3	701	698,4	718	688	693	
0.02	1	1385	1385	1386	1419	1385	1389
	2	1373	1385	1366	1380	1402	
	3	1414	1380	1385	1394	1394	

Fuente: elaboración propia.

Tabla 37. Resultados instrumentales (Turbiedad)

Patrón Referencia	Réplica	Resultado (NTU)					Promedio (NTU)
1	1	0,094	0,082	0,081	0,094	0,085	0,09
	2	0,092	0,085	0,075	0,081	0,088	
	3	0,087	0,082	0,088	0,092	0,095	
2	1	19,2	19,5	19,4	19,5	19,5	19,52
	2	19,7	19,6	19,6	19,8	19,7	
	3	19,5	19,3	19,4	19,5	19,6	
3	1	193	194	195	194	193	193,9
	2	194	194	194	193	192	
	3	195	195	196	194	193	
4	1	955	956	969	967	963	959,8
	2	961	959	941	948	979	
	3	965	966	960	951	957	
5	1	3782	3784	3802	3810	3810	3828
	2	3811	3859	3856	3846	3844	
	3	3901	3905	3792	3784	3838	

Fuente: elaboración propia.

**ANEXO D.  
RESULTADOS INSTRUMENTALES REPRODUCIBILIDAD**

Tabla 38. Resultados instrumentales Analista 1 (Alcalinidad)

<b>Analista 1</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
1	41	40,4	40,4	38,6	39,2	39,9
2	50	52	53,2	49,6	54,2	51,8
3	78,8	79,2	78,8	79,7	77,3	78,8
4	101,6	102,8	101,5	99,7	102,6	101,6
5	118,4	117,6	121,6	118,1	119,4	119,0

Fuente: elaboración propia.

Tabla 39. Resultados instrumentales Analista 2 (Alcalinidad)

<b>Analista 2</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
1	42,1	39,8	41,6	38	41,2	40,5
2	51,7	52,7	55,1	52,6	53,8	53,2
3	82,6	79,9	81,3	79,7	78,3	80,4
4	99,7	102,3	101,7	101,5	102,9	101,6
5	119,5	118,2	118,8	121,8	125,3	120,7

Fuente: elaboración propia.

Tabla 40. Resultados instrumentales Analista 3 (Alcalinidad)

<b>Analista 3</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
1	38,9	40,2	40,8	41,6	39,9	40,3
2	49,3	53,7	52,6	49,8	53,7	51,8
3	78,7	79,5	79,8	81,3	81,8	80,2
4	107,8	101,3	105,5	105,2	102,1	104,4
5	119,5	121,6	118,9	119,3	121	120,1

Fuente: elaboración propia.

Tabla 41. Resultados instrumentales Analista 1 (Conductividad)

<b>Analista 1</b>						
<b>Concentración (M)</b>	<b>Resultado conductividad (µs/cm)</b>					<b>Promedio</b>
0,0005	65,6	65,6	63	65,6	66	65,2
0,001	146	143	140,9	144	140,9	143,0
0,005	674	680	669	670	678	674,2
0,01	1416	1383	1393	1401	1397	1398,0

Fuente: elaboración propia.

Tabla 42. Resultados instrumentales Analista 2 (Conductividad).

<b>Analista 2</b>						
<b>Concentración (M)</b>	<b>Resultado conductividad (µs/cm)</b>					<b>Promedio</b>
0,0005	68,6	67	62,6	64	70	66,4
0,001	138	144	146,8	144,3	147	144,0
0,005	678	697	686	676	677	682,8
0,01	1414	1436	1436	1426	1413	1425,0

Fuente: elaboración propia.

Tabla 43. Resultados instrumentales Analista 3 (Conductividad)

<b>Analista 3</b>						
<b>Concentración (M)</b>	<b>Resultado conductividad (µs/cm)</b>					<b>Promedio</b>
0,0005	76,8	72,9	72	71,9	71,7	73,1
0,001	144,2	144,9	145	144,9	146	145,0
0,005	670	677	680	678	668	674,6
0,01	1410	1417	1418	1410	1411	1413,2

Fuente: elaboración propia.

Tabla 44. Resultados instrumentales Analista 1 (Dureza)

<b>Analista 1</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
1	61,3	65,6	63,8	64,3	61,9	63,4
2	86,7	88,4	85,5	78,6	87,7	85,4
3	126,2	125,3	128,2	120,5	126,4	125,3
4	158	158,6	156,2	161	157,8	158,3
5	184,2	179,3	179,6	186,5	179,9	181,9

Fuente: elaboración propia.

Tabla 45. Resultados instrumentales Analista 2 (Dureza).

<b>Analista 2</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
1	65,3	63,8	67,4	62,7	60,9	64,0
2	91	76,2	88,7	86,3	86,5	85,7
3	132,6	130,4	125,4	128,2	126,6	128,6
4	159	159,8	157	161	156,8	158,7
5	174,8	178	176	177,2	178	176,8

Fuente: elaboración propia.



Tabla 46. Resultados instrumentales Analista 3 (Dureza)

<b>Analista 3</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
1	62,8	62,2	64,4	65,8	62,2	63,5
2	88,2	90,4	90	88,2	89,2	89,2
3	124	123,8	126,4	120,8	129,2	124,8
4	165	165,2	161,4	159,2	159,4	162,0
5	182	186,4	184,2	182,5	184,7	184,0

Fuente: elaboración propia.

Tabla 47. Resultados instrumentales Analista 1 (pH)

<b>Analista 1</b>						
<b>Solución</b>	<b>Resultado pH</b>					<b>Promedio</b>
Buffer 1	3,96	3,98	3,98	3,9	3,94	3,95
Buffer 2	7,17	7,17	7,2	7,19	7,19	7,18
Buffer 3	9,98	9,98	9,96	9,9	9,99	9,96

Fuente: elaboración propia.

Tabla 48. Resultados instrumentales Analista 2 (pH)

<b>Analista 2</b>						
<b>Solución</b>	<b>Resultado pH</b>					<b>Promedio</b>
Buffer 1	3,9	3,92	3,93	3,9	3,94	3,92
Buffer 2	7,17	7,15	7,15	7,16	7,17	7,16
Buffer 3	9,95	9,96	9,96	9,97	9,99	9,97

Fuente: elaboración propia.

Tabla 49. Resultados instrumentales Analista 3 (pH)

<b>Analista 3</b>						
<b>Solución</b>	<b>Resultado pH</b>					<b>Promedio</b>
Buffer 1	3,97	3,96	3,97	3,97	3,98	3,97
Buffer 2	7,33	7,33	7,34	7,33	7,35	7,34
Buffer 3	10,92	10,33	10,36	10,37	10,36	10,47

Fuente: elaboración propia.

Tabla 50. Resultados instrumentales Analista 1 (TDS)

<b>Analista 1</b>						
<b>Concentración (M)</b>	<b>Resultado TDS (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
0,0005	36	35	32,6	33,2	34,7	34,3
0,001	70	71	66	68	69,2	68,8
0,005	313	328	318	330	330,6	323,9
0,01	688	696	709	700	699,6	698,5

Fuente: elaboración propia.

Tabla 51. Resultados instrumentales Analista 2 (TDS)

<b>Analista 2</b>						
<b>Concentración (M)</b>	<b>Resultado TDS (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
0,0005	33,9	33	37	34	35,7	34,7
0,001	71,4	69,8	71,6	68	70,9	70,3
0,005	335	320	334	339	325	330,6
0,01	707	718	718	704	712	711,8

Fuente: elaboración propia.

Tabla 52. Resultados instrumentales Analista 3 (TDS)

<b>Analista 3</b>						
<b>Concentración (M)</b>	<b>Resultado TDS (mg/L)</b>					<b>Promedio</b>
0,0005	37	36,7	36	35,9	35,9	36,3
0,001	72,1	72,4	72	72,4	72,8	72,3
0,005	335	338	340	336	337	337,2
0,01	704	699	711	702,8	708	705,0

Fuente: elaboración propia.

Tabla 53. Resultados instrumentales Analista 1 (Turbiedad)

<b>Analista 1</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (NTU)</b>					<b>Promedio</b>
1	0,064	0,061	0,06	0,06	0,062	0,1
2	22,1	21,8	21,7	22	21,6	21,8
3	194	194	194	194	194	194,0
4	974	973	975	975	972	973,8
5	3860	3867	3859	3862	3853	3860,2

Fuente: elaboración propia.

Tabla 54. Resultados instrumentales Analista 2 (Turbiedad)

<b>Analista 2</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (NTU)</b>					<b>Promedio</b>
1	0,099	0,078	0,085	0,08	0,095	0,1
2	19,6	20,3	20,2	20,3	19,8	20,0
3	195	195	195	194	195	194,8
4	977	980	978	979	975	977,8
5	3917	3898	3860	3849	3886	3882,0

Fuente: elaboración propia.

Tabla 55. Resultados instrumentales Analista 3 (Turbiedad)

<b>Analista 3</b>						
<b>Patrón Referencia</b>	<b>Resultado (NTU)</b>					<b>Promedio</b>
1	0,06	0,061	0,078	0,069	0,073	0,1
2	19,7	19,7	19,6	19,6	20,6	19,8
3	194	194	194	194	194	194,0
4	961	964	957	963	957	960,4
5	3824	3830	3857	3857	3840	3841,6

Fuente: elaboración propia.

## ANEXO E RESULTADOS ANOVA

Tabla 56. Análisis de varianza (Alcalinidad)

Patrón Ref.	Suma de Cuadrados			Gados de Libertad			Promedio Cuadrados	
	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos
1	1,741	3677,2	3678,9	2	15	17	0,871	245,1
2	5,581	6360,3	6365,9	2	15	17	2,791	424,02
3	9,310	15145,5	15154,8	2	15	17	4,655	1009,7
4	25,91	25315,6	25341,5	2	15	17	12,95	1687,7
5	8,188	34821,0	34829,2	2	15	17	4,094	2321,4

Fuente: elaboración propia.

Tabla 57. Análisis de varianza (Conductividad)

Concentración (M)	Suma de Cuadrados			Gados de Libertad			Promedio Cuadrados	
	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos
0,0005	163,3	11043,8	11207,1	2	15	17	81,7	736,3
0,001	12,4	50478,7	50491,1	2	15	17	6,2	3365,2
0,005	197,3	1140296,7	1140494,0	2	15	17	98,7	76019,8
0,01	1552,4	4972156,5	4973708,9	2	15	17	776,2	331477,1

Fuente: elaboración propia.

Tabla 58. Análisis de varianza (Dureza)

Patrón Ref.	Suma de Cuadrados			Gados de Libertad			Promedio Cuadrados	
	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos
1	1,488	9543,3	9544,8	2	15	17	0,744	636,2
2	43,77	18163,7	18207,4	2	15	17	21,89	1210,9
3	35,22	38721,8	38757,0	2	15	17	17,61	2581,5
4	41,28	62229,8	62271,1	2	15	17	20,64	4148,7
5	116,9	80084,7	80201,7	2	15	17	58,49	5339,0

Fuente: elaboración propia.

Tabla 59. Análisis de varianza (pH)

Solución	Suma de Cuadrados			Gados de Libertad			Promedio Cuadrados	
	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos
Buffer 1	0,37	11,12	11,49	2	15	17	0,18	0,74
Buffer 2	0,66	69,72	70,39	2	15	17	0,33	4,65
Buffer 3	1,88	166,55	168,43	2	15	17	0,94	11,10

Fuente: elaboración propia.

Tabla 60. Análisis de varianza (TDS)

Concentración (M)	Suma de Cuadrados			Gados de Libertad			Promedio Cuadrados	
	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos
0,0005	12,9	2759,3	2772,3	2	15	17	6,5	184,0
0,001	31,9	11758,0	11789,8	2	15	17	15,9	783,9
0,005	389,9	270466,6	270856,5	2	15	17	194,9	18031,1
0,01	378,6	1236392,9	1236771,5	2	15	17	189,3	82426,2

Fuente: elaboración propia.

Tabla 61. Análisis de varianza (Turbiedad)

Estándar Ref.	Suma de Cuadrados			Gados de Libertad			Promedio Cuadrados	
	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos	Total	Entre grupos	Dentro de grupos
1	0,346	10,95	11,29	2	15	17	0,173	0,730
2	7,111	870,8	877,9	2	15	17	3,556	58,05
3	2,111	92419	92421,1	2	15	17	1,056	6161,3
4	670,1	2346015	2346685,1	2	15	17	335,1	156401
5	3377	37239656,2	37243032,9	2	15	17	1688,4	2482643,7

Fuente: elaboración propia.

## ANEXO F. PROTOCOLOS DE VALIDACIÓN

### PROTOCOLO DE VALIDACIÓN ALCALINIDAD Y DUREZA

#### OBJETIVO

Establecer el procedimiento de validación de los análisis físico-químicos de alcalinidad y dureza para su puesta en marcha en el laboratorio de control de calidad de agua potable de la empresa.

#### ALCANCE

Este documento define la metodología de cada análisis, el procedimiento de preparación de muestras, los parámetros estadísticos que deben ser evaluados, los materiales, reactivos y equipos necesarios, y finalmente, establece las condiciones bajo las cuales debe ser ejecutada la validación.

#### RESPONSABILIDAD

El cumplimiento y buen manejo de este protocolo es responsabilidad del área de aseguramiento de la calidad de la empresa.

#### REACTIVOS

A continuación, se muestran los reactivos utilizados para la ejecución de cada parámetro evaluado en el laboratorio y su correspondiente proveedor, los cuales se encuentran certificados para garantizar la validez de los resultados.


Reactivo	Fórmula Química	Proveedor
<b>Alcalinidad</b>		
Tiosulfato de Sodio 0,1 N	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	MERCK
Naranja de Metilo	$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$	MERCK
Ácido Sulfúrico 0,02 N	$\text{H}_2\text{SO}_4$	MOLLABS
Carbonato de Calcio 99%	$\text{CaCO}_3$	MERCK
<b>Dureza Total</b>		
Tiosulfato de Sodio 0,5 M	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	MERCK
Hidróxido de Amonio 1,7%	$\text{NH}_4\text{OH}$	MERCK
Negro de Eriocromo T	$\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{O}_7\text{SNa}$	MERCK
EDTA 0,01 M ( $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ )	$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$	MERCK
Carbonato de Calcio 99%	$\text{CaCO}_3$	MERCK

Estándar de calibración	200 NTU	HACH
Estándar de calibración	1000 NTU	HACH
Estándar de calibración	4000 NTU	HACH

## MATERIALES

Los materiales necesarios para la medición de los parámetros de alcalinidad y dureza deben estar en condiciones óptimas para su uso, libres de rayones y sin ningún residuo de impurezas o suciedad que puedan afectar los resultados.

Para las titulaciones, se utilizan matraces de Erlenmeyer de vidrio con capacidad de 250 mL, como se muestra a continuación.

Instrumento	Imagen	Especificaciones
Erlenmeyer		Marca: FARADAY Material: Vidrio Capacidad: 250 mL

## EQUIPOS

El equipo empleado en los análisis de laboratorio se describe a continuación con su respectiva imagen, adicionalmente se realiza la verificación metrológica del mismo para asegurar la confiabilidad de los resultados a obtener en la validación.

Equipo	Imagen	Especificaciones	Ultima Fecha Calibración
Bureta Digital		Marca: BRAND Modelo: TITRETTE CLASS A PRECISION Carga Máx.: 230 g Carga Min.: 0,001 g	12-07-2018

## METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN

El procedimiento de validación se lleva a cabo en dos etapas, la primera consta de la preparación de muestras partiendo de una solución madre o patrón, y la segunda se realiza con base en los diagramas de proceso para determinación de alcalinidad y dureza.

## PREPARACIÓN DE MUESTRAS

La validación del método se lleva a cabo a cinco diferentes concentraciones de  $\text{CaCO}_3$  dentro del rango máximo permisible para alcalinidad en agua potable establecido en la resolución 2115 de 2007. Para la preparación de las se toma como base una solución madre de 1000 ppm de  $\text{CaCO}_3$ .

La masa necesaria de  $\text{CaCO}_3$  para la solución madre utilizada en los métodos de Alcalinidad y Dureza se determina mediante los siguientes cálculos:

Determinación de masa para solución madre

$$1000 \text{ ppm } \text{CaCO}_3 = \frac{1000 \text{ mg } \text{CaCO}_3}{1 \text{ L } \text{H}_2\text{O}}$$

Conversión mg a g

$$1000 \text{ mg } \text{CaCO}_3 \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} = 1 \text{ g } \text{CaCO}_3$$

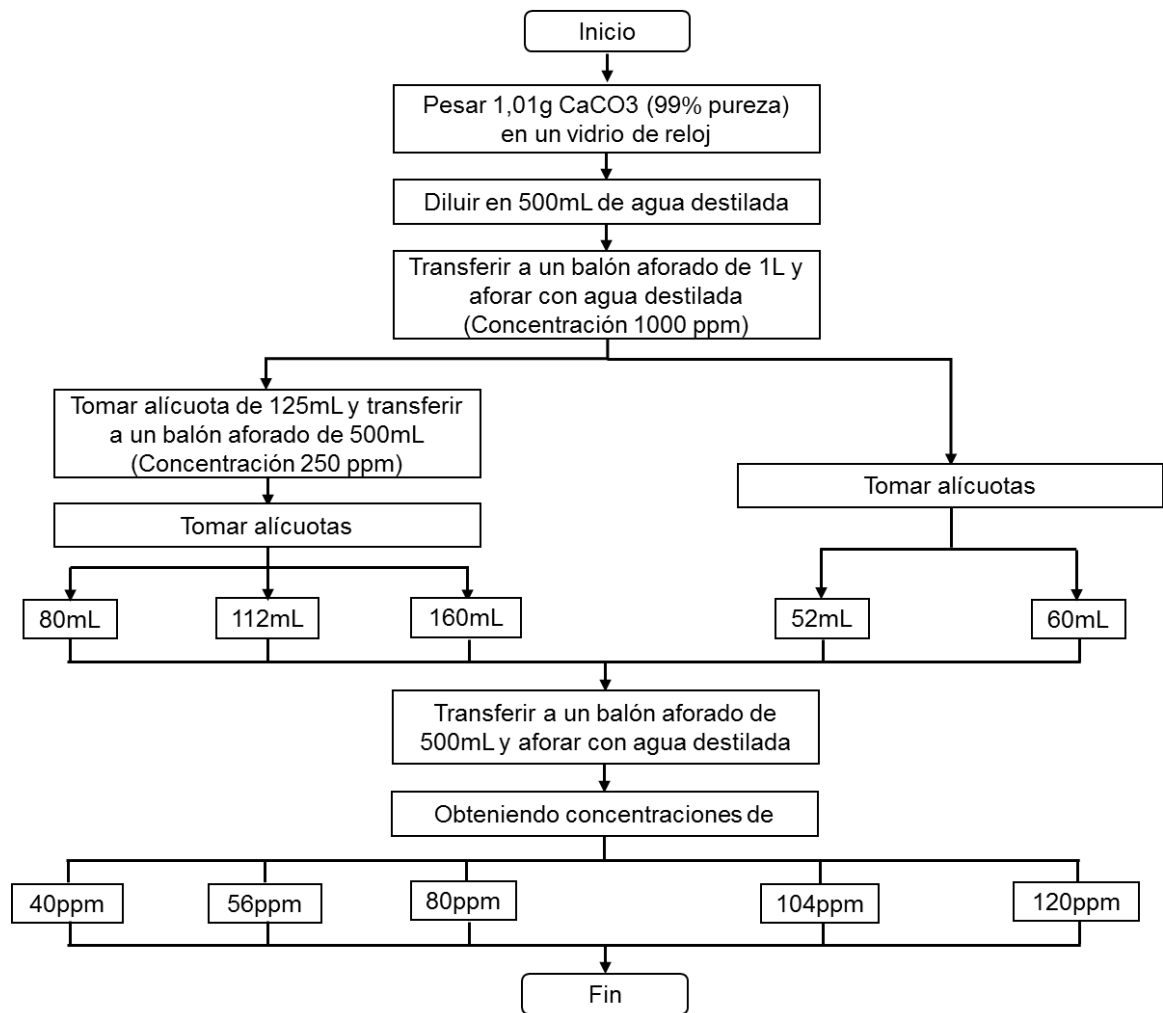
Cálculo de cantidad de masa teniendo en cuenta la pureza del reactivo

$$1 \text{ g } \text{CaCO}_3 \times \frac{100\%}{99\%} = 1,01 \text{ g } \text{CaCO}_3$$

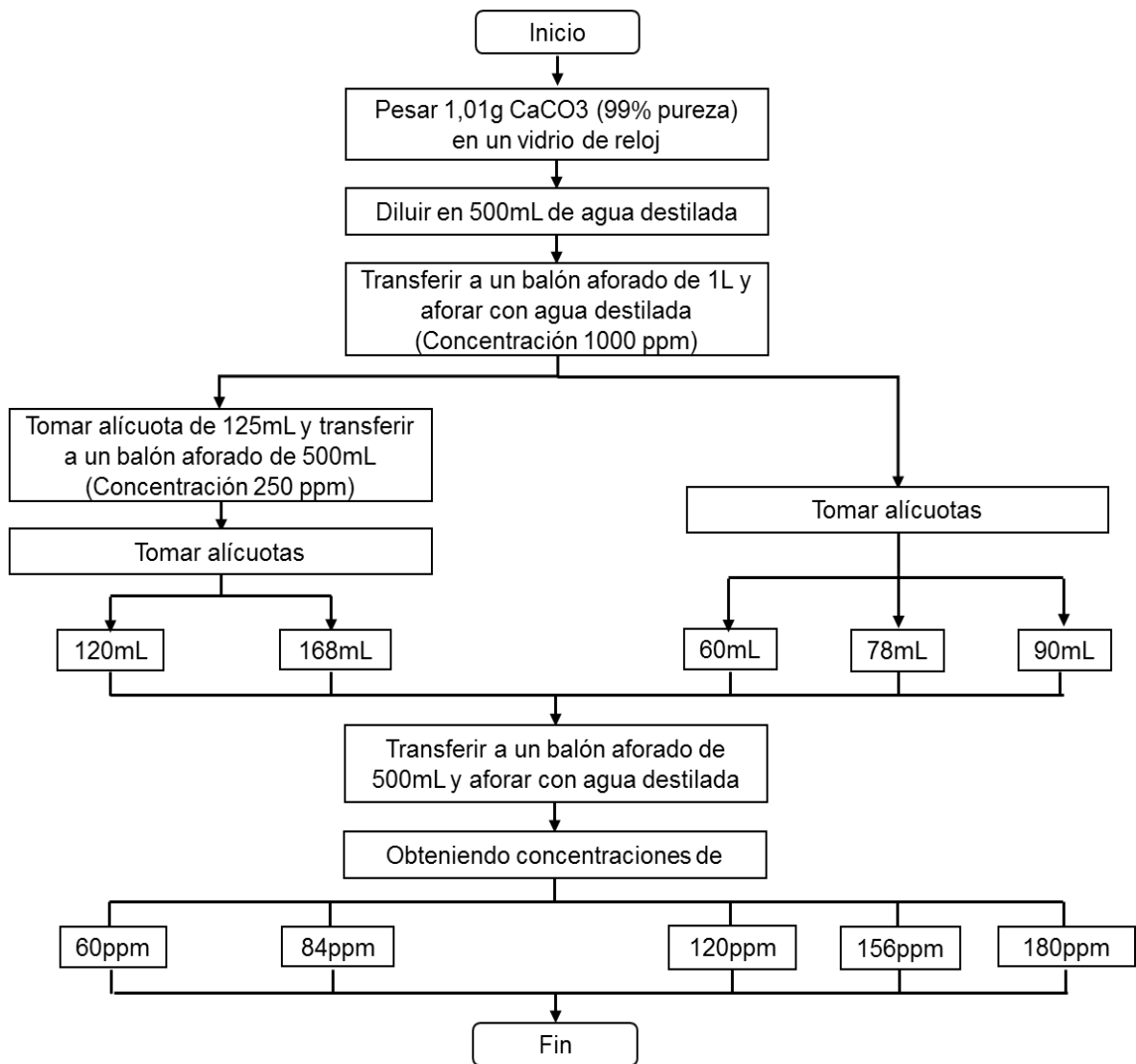
El procedimiento de preparación de muestras de Alcalinidad y Dureza se evidencia a continuación.



## Procedimiento preparación soluciones de Carbonato de Calcio (Alcalinidad)

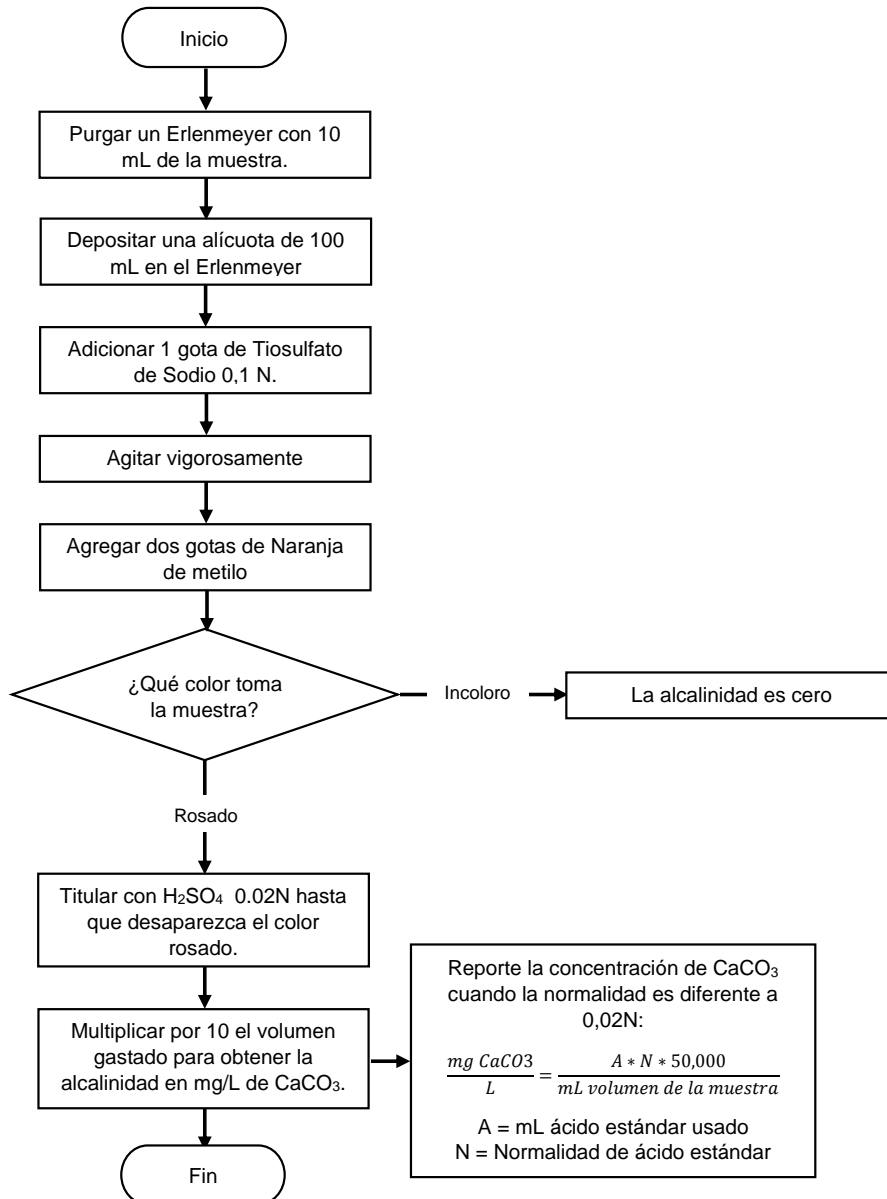


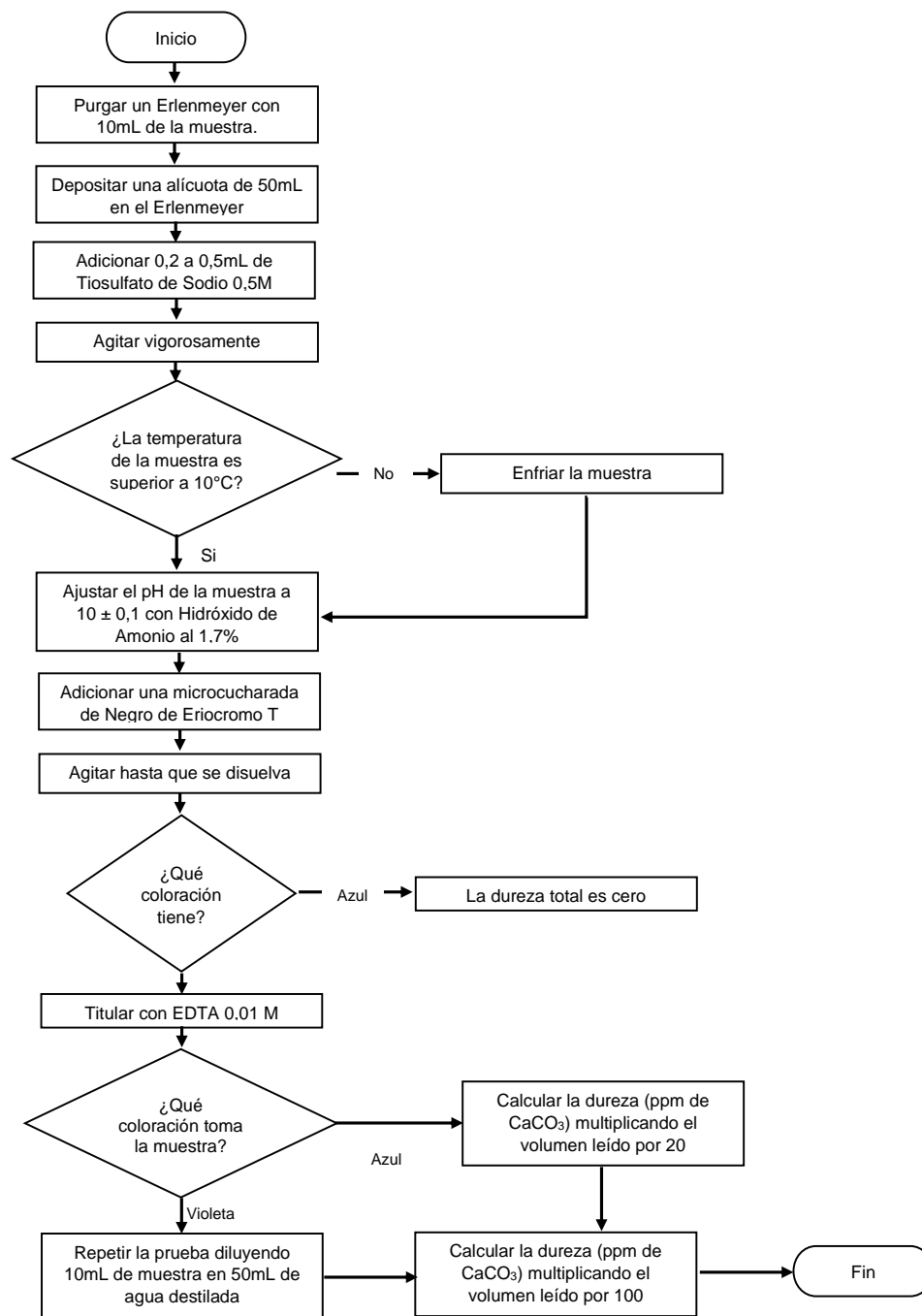
## Procedimiento preparación soluciones de Carbonato de Calcio (Dureza)



## DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD Y DUREZA

A continuación, se evidencia el procedimiento que debe ser ejecutado para la determinación de Alcalinidad y Dureza respectivamente.





## PARÁMETROS ESTADÍSTICOS

Los parámetros a evaluar para la validación de las metodologías de Alcalinidad y Dureza son Linealidad y Sensibilidad, Limite de Detección y Cuantificación, Precisión y Exactitud.

El intervalo de trabajo utilizado se apoya en la resolución 2115 de 2007 donde se establecen los valores máximos permisibles para la calidad del agua potable, tomando 5 concentraciones al 50% – 70% – 100% – 130% y 150%, siendo este de 40 – 56 – 80 – 104 y 120 mg/L de CaCO<sub>3</sub> respectivamente.

**Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con las concentraciones establecidas anteriormente, para el análisis de la curva se realiza la evaluación del coeficiente de correlación mediante el análisis de t-student a un nivel de significancia del 5%. A continuación, se muestran las ecuaciones necesarias para realizar el cálculo de este parámetro estadístico.

Pendiente de la recta

$$b = \frac{\sum_i(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_i(x_i - \bar{x})^2}$$

Ordenada de origen de la recta

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Coefficiente de correlación

$$r = \frac{\sum_i(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\{[\sum_i(x_i - \bar{x})^2][\sum_i(y_i - \bar{y})^2]\}^{\frac{1}{2}}}$$

Donde:

$\bar{y}$  = Media de los datos de y.

$\bar{x}$  = Media de los datos de x.

Para comprobar una correlación significativa, es decir, Ho = Correlación cero, calcular:

Estadístico t para el coeficiente de correlación

$$t = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Donde:

t = Valor del estimador t Student obtenido para el coeficiente de correlación

|r|= Valor absoluto del coeficiente de correlación

n – 2 = Número de grados de libertad

r<sup>2</sup> = Valor del coeficiente de determinación

Se compara el valor de t calculado con el valor de tablas a un nivel de significancia del 95%, con un contraste de 2 colas y n-2 grados de libertad.

Criterio de aceptación:

Si  $t_{cal} \geq t_{tab}$  se rechaza la hipótesis nula.

**Límite de Detección y Cuantificación.** La determinación del límite de detección y cuantificación se realiza mediante el cálculo de la desviación estándar.

Límite de detección

$$LD = 3,29 * S_o$$

Límite de cuantificación

$$LQ = 10 * S_o$$

Dónde:

$S_o$  = Desviación estándar de las lecturas del blanco matriz o testigo reactivo.

**Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

**Repetibilidad.** Es conocida como la precisión de los resultados bajo las mismas condiciones de operación, es decir el mismo método, materiales, operador y equipo.

**Reproducibilidad.** Es la precisión de los resultados bajo variaciones de las condiciones de operación.

Desviación estándar

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Donde:

$\bar{x}$  = Promedio de las concentraciones

$x_i$  = Concentración de cada réplica

n = Numero de replicas

Coeficiente de variación

$$\%CV = \frac{S}{\bar{x}} * 100$$

Donde:

S = Desviación estándar.

$\bar{x}$  = Media de los datos

### Criterios de aceptación del coeficiente de variación

Valor	Calificación
0 - 7%	Precisa
8 - 14%	Precisión aceptable
15 - 20%	Precisión regular
>20%	Poco precisa

Una vez son obtenidos estos parámetros, para el caso de la reproducibilidad caso se realiza el análisis de varianza de un factor (ANOVA) el cual permite estimar las posibles causas de variación en los métodos.

Se plantean dos hipótesis (nula y alterna) para determinar si existen o no diferencias estadísticamente significativas donde inicialmente se realiza el contraste F el cual se compara con su valor teórico a un nivel de confianza de 95%.

Las hipótesis planteadas para cada muestra son las siguientes:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

$$H_A: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

Donde:

H<sub>0</sub>: No existen diferencias significativas en los resultados.

H<sub>A</sub>: Existen diferencias significativas en los resultados.

### Criterios de aceptación reproducibilidad

Criterio	Resultado
$F_{exp} > F_{teorica}$	Rechaza H <sub>0</sub>
$F_{exp} < F_{teorica}$	Acepta H <sub>0</sub>

El valor de F teórica es consultado en las tablas de Fisher para una significancia de 0.05 teniendo en cuenta los grados de libertad empleados.

**Exactitud.** Para el cálculo del parámetro se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Intervalo de confianza

$$\bar{y} - t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n} \leq \mu \leq \bar{y} + t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n}$$

Error relativo

$$\%Error = \frac{x_{real} - x_{exp}}{x_{real}} * 100$$

Donde:

$x_{real}$  = Valor esperado.

$x_{exp}$  = Valor obtenido experimentalmente.

## REVISIÓN Y APROBACIÓN

Elaboró: Tesistas QSE	Revisó:	Aprobó:



## PROTOCOLO DE VALIDACIÓN CONDUCTIVIDAD Y SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS

### OBJETIVO

Establecer el procedimiento de validación de los análisis físico-químicos de conductividad y sólidos totales disueltos para su puesta en marcha en el laboratorio de control de calidad de agua potable de la empresa.

### ALCANCE

Este documento define la metodología de cada análisis, el procedimiento de preparación de muestras, los parámetros estadísticos que deben ser evaluados, los materiales, reactivos y equipos necesarios, y finalmente, establece las condiciones bajo las cuales debe ser ejecutada la validación.

### RESPONSABILIDAD

El cumplimiento y buen manejo de este protocolo es responsabilidad del área de aseguramiento de la calidad de la empresa.

### REACTIVOS

A continuación, se muestran los reactivos utilizados para la ejecución de cada parámetro evaluado en el laboratorio y su correspondiente proveedor, los cuales se encuentran certificados para garantizar la validez de los resultados.

Cabe resaltar que para la limpieza de los implementos y materiales de trabajo se utiliza agua destilada para impedir la contaminación y residuos de reactivos.

Reactivo	Fórmula Química	Proveedor
<b>Lavado</b>		
Agua Destilada	H <sub>2</sub> O	FARADAY
<b>Conductividad y Sólidos Totales Disueltos</b>		
Patrón de referencia 0,01 M	KCl	MOLLABS
Patrón de referencia 0,3 M	KCl	MOLLABS


### MATERIALES

Los materiales necesarios para la medición de los diferentes parámetros de caracterización de agua deben estar en condiciones óptimas para su uso, libres de rayones y sin ningún residuo de impurezas o suciedad que puedan afectar los resultados.

En los métodos de conductividad y sólidos totales disueltos se deposita la muestra en vasos de precipitado en vidrio de 100 mL para realizar la lectura del resultado.


A continuación, se explican a detalle los materiales empleados para cada análisis y las especificaciones dadas por el proveedor.

Materiales empleados en los análisis físico-químicos.

Instrumento	Imagen	Especificaciones
Erlenmeyer		Marca: FARADAY Material: Vidrio Capacidad: 250 mL

## EQUIPOS

Los equipos empleados en los análisis de laboratorio se describen con su respectiva imagen, adicionalmente se realiza la verificación metrológica de los mismos para asegurar la confiabilidad de los resultados a obtener en la validación.

Equipo	Imagen	Especificaciones	Ultima Fecha Calibración
Conductivimetro		Marca: HACH Modelo: SENSION 5 Rango de medición: 0 $\mu$ S/cm a 200 000 $\mu$ S/cm Resolución: (0,1 – 1 – 10) $\mu$ S/cm Tolerancia: $\pm$ 0,5%	18-04-2018

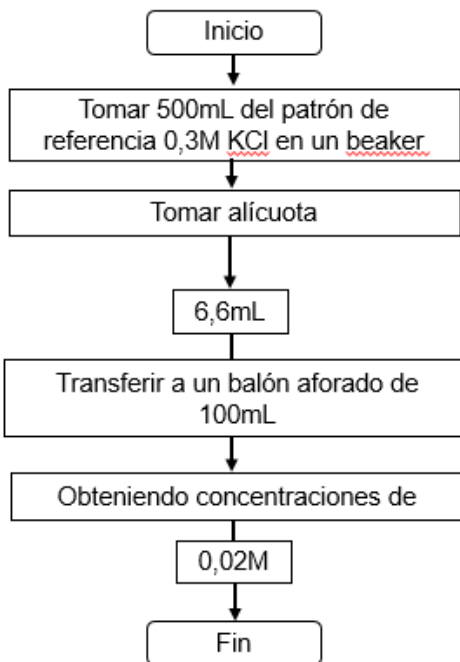
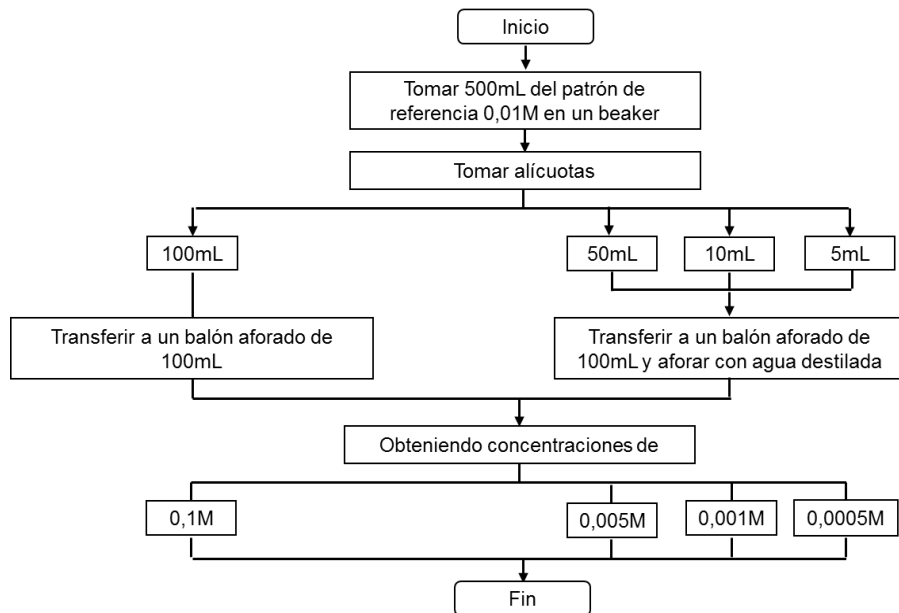
## METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN

El procedimiento de validación se lleva a cabo en dos etapas, la primera consta de la preparación de muestras partiendo de una solución madre o patrón, y la segunda se realiza con base en los diagramas de proceso para determinación de conductividad y sólidos totales disueltos

## PREPARACIÓN DE MUESTRAS

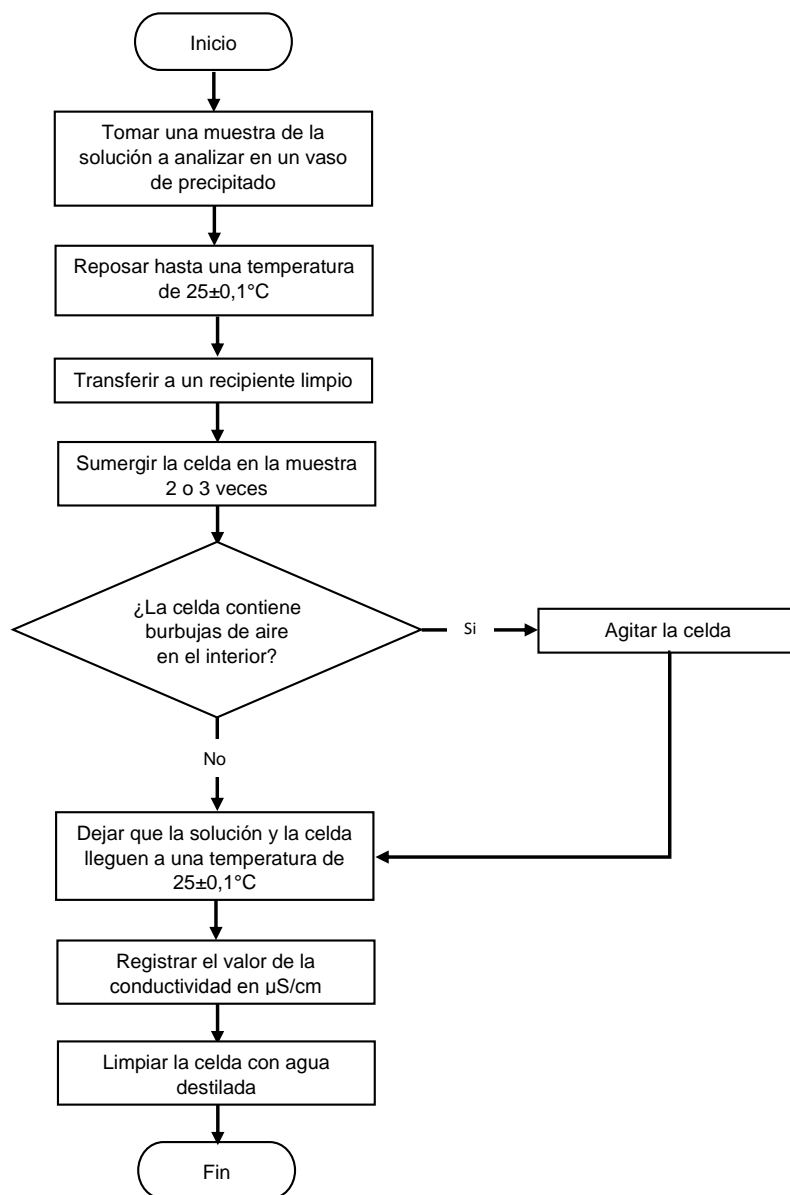
Para la validación de estos métodos se utilizan 4 concentraciones diferentes del patrón de referencia en este caso de KCl como se muestra en cuadro 7 con su

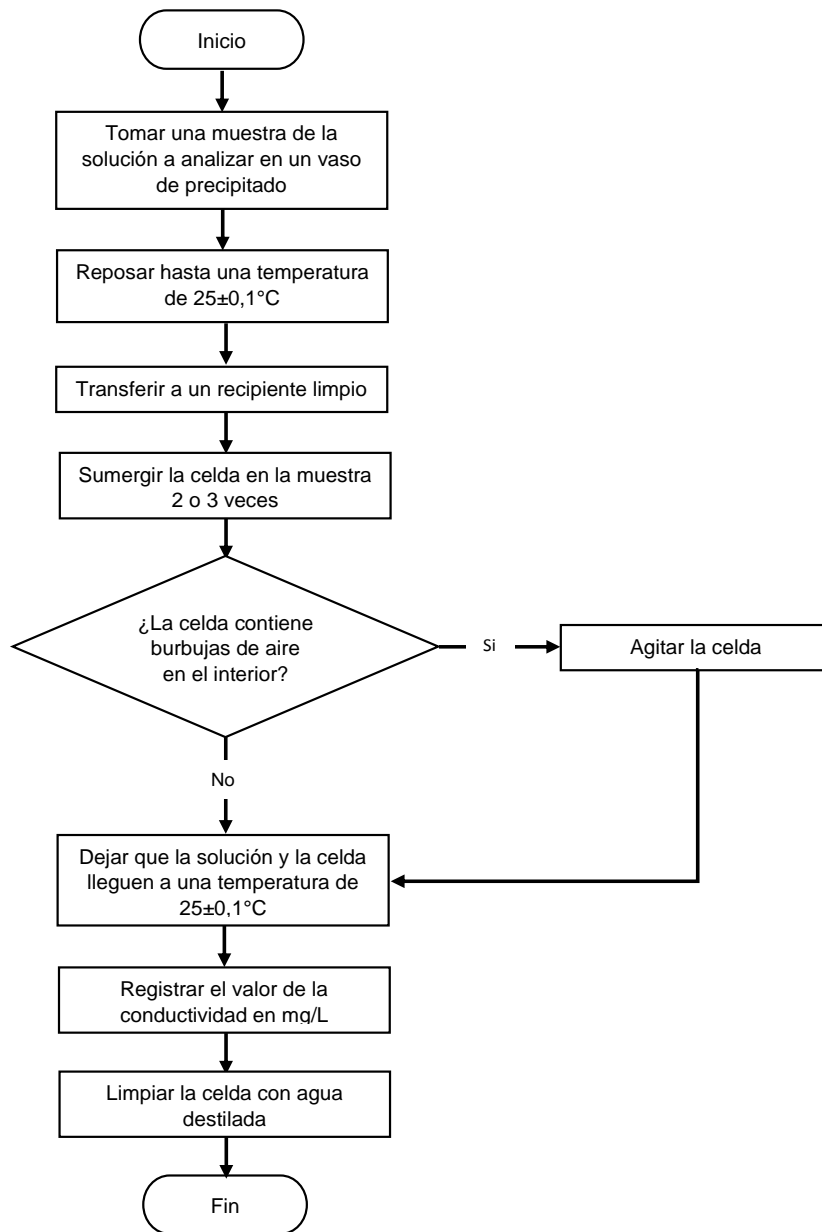
respectivo valor teórico. La preparación de las muestras se realiza a partir de una concentración de la solución estándar de 0,01M y 0,03 M.



## DETERMINACIÓN DE CONDUCTIVIDAD Y SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS

La determinación de estas metodologías se lleva a cabo con base en los diagramas de proceso para conductividad y TDS respectivamente.





## PARÁMETROS ESTADÍSTICOS

Los parámetros a evaluar para la validación de del pH son Linealidad, Sensibilidad, Precisión y Exactitud.

El intervalo de trabajo empleado para la realización de los ensayos se basa en el procedimiento llevado a cabo por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales, para el cual se tomaron 4 diferentes concentraciones de la solución patrón de KCl.

**Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con las concentraciones del patrón de referencia de KCl y las ecuaciones mostradas a continuación.

Pendiente de la recta

$$b = \frac{\sum_i(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_i(x_i - \bar{x})^2}$$

Ordenada de origen de la recta

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Coefficiente de correlación

$$r = \frac{\sum_i(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\{[\sum_i(x_i - \bar{x})^2][\sum_i(y_i - \bar{y})^2]\}^{\frac{1}{2}}}$$

Donde:

$\bar{y}$  = Media de los datos de y.

$\bar{x}$  = Media de los datos de x.

Para comprobar una correlación significativa, es decir,  $H_0$  = Correlación cero, calcular:

Estadístico t para el coeficiente de correlación

$$t = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Donde:

t = Valor del estimador t Student obtenido para el coeficiente de correlación

|r| = Valor absoluto del coeficiente de correlación

n - 2 = Número de grados de libertad

$r^2$  = Valor del coeficiente de determinación

Se compara el valor de t calculado con el valor de tablas a un nivel de significancia del 95%, con un contraste de 2 colas y n-2 grados de libertad.

Criterio de aceptación:

Si  $t_{cal} \geq t_{tab}$  se rechaza la hipótesis nula.

**Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

**Repetibilidad.** Es conocida como la precisión de los resultados bajo las mismas condiciones de operación, es decir el mismo método, materiales, operador y equipo.

**Reproducibilidad.** Es la precisión de los resultados bajo variaciones de las condiciones de operación.

Desviación estándar

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Donde:

$\bar{x}$  = Promedio de las concentraciones

$x_i$  = Concentración de cada réplica

n = Numero de replicas

Coeficiente de variación

$$\%CV = \frac{S}{\bar{x}} * 100$$

Donde:

S = Desviación estándar.

$\bar{x}$  = Media de los datos

Valor	Calificación
0 - 7%	Precisa
8 - 14%	Precisión aceptable
15 - 20%	Precisión regular
>20%	Poco precisa

Una vez son obtenidos estos parámetros, para el caso de la reproducibilidad caso se realiza el análisis de varianza de un factor (ANOVA) el cual permite estimar las posibles causas de variación en los métodos.

Se plantean dos hipótesis (nula y alterna) para determinar si existen o no diferencias estadísticamente significativas donde inicialmente se realiza el contraste F el cual se compara con su valor teórico a un nivel de confianza de 95%.

Las hipótesis planteadas para cada muestra son las siguientes:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

$$H_A: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

Donde:

Ho: No existen diferencias significativas en los resultados.

HA: Existen diferencias significativas en los resultados.

Criterio	Resultado
$F_{exp} > F_{teorica}$	Rechaza Ho
$F_{exp} < F_{teorica}$	Acepta Ho

El valor de F teórica es consultado en las tablas de Fisher para una significancia de 0.05 teniendo en cuenta los grados de libertad empleados.

**Exactitud.** Para el cálculo del parámetro se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Intervalo de confianza

$$\bar{y} - t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n} \leq \mu \leq \bar{y} + t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n}$$

Error relativo

$$\%Error = \frac{x_{real} - x_{exp}}{x_{real}} * 100$$

Donde:

$x_{real}$  = Valor esperado.

$x_{exp}$  = Valor obtenido experimentalmente.



**REVISIÓN Y APROBACIÓN**

Elaboró: Tesistas QSE	Revisó:	Aprobó:

## PROTOCOLO DE VALIDACIÓN pH

### OBJETIVO

Establecer el procedimiento de validación del análisis físico-químico de determinación de pH para su puesta en marcha en el laboratorio de control de calidad de agua potable de la empresa.

### ALCANCE

Este documento define la metodología de análisis, el procedimiento de preparación de muestras, los parámetros estadísticos que deben ser evaluados, los materiales, reactivos y equipos necesarios, y finalmente, establece las condiciones bajo las cuales debe ser ejecutada la validación.

### RESPONSABILIDAD

El cumplimiento y buen manejo de este protocolo es responsabilidad del área de aseguramiento de la calidad de la empresa.

### REACTIVOS

A continuación, se muestran los reactivos utilizados para la ejecución de cada parámetro evaluado en el laboratorio y su correspondiente proveedor, los cuales se encuentran certificados para garantizar la validez de los resultados.


Cabe resaltar que para la limpieza de los implementos y materiales de trabajo se utiliza agua destilada para impedir la contaminación y residuos de reactivos.

Reactivo	Fórmula Química	Proveedor
<b>Lavado</b>		
Agua Destilada	H <sub>2</sub> O	FARADAY
<b>pH</b>		
Patrón de referencia	pH 4	MOLLABS
Patrón de referencia	pH 7	MOLLABS
Patrón de referencia	pH 10	MOLLABS

### MATERIALES

Los materiales necesarios para la medición de los diferentes parámetros de caracterización de agua deben estar en condiciones óptimas para su uso, libres de rayones y sin ningún residuo de impurezas o suciedad que puedan afectar los resultados.

En el método de pH, la muestra se deposita en vasos de precipitado en vidrio de 100 mL para realizar la lectura del resultado. A continuación, se explican a detalle los materiales empleados para el análisis y las especificaciones dadas por el proveedor.

Instrumento	Imagen	Especificaciones
Erlenmeyer		Marca: FARADAY Material: Vidrio Capacidad: 250 mL

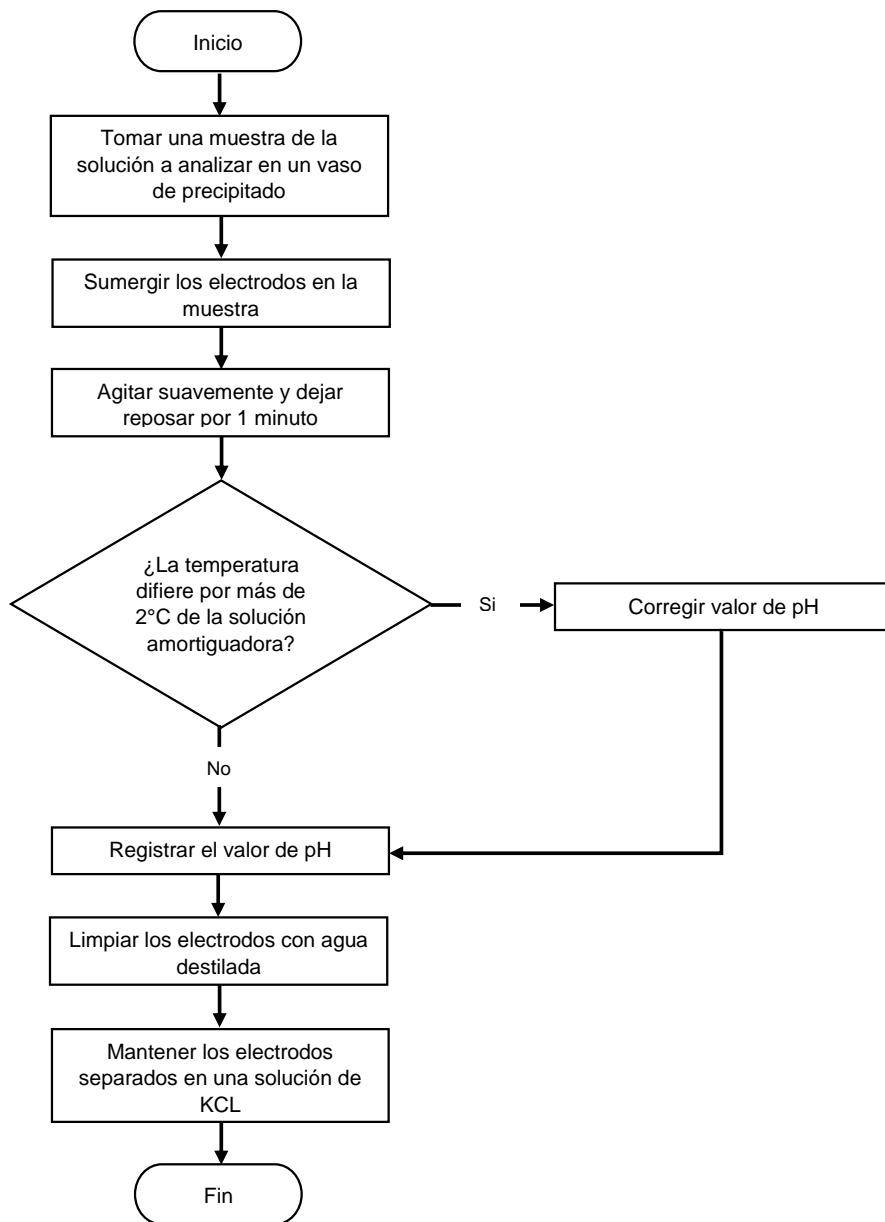
## EQUIPOS

Los equipos empleados en los análisis de laboratorio se describen a continuación con su respectiva imagen, adicionalmente se realiza la verificación metrológica de los mismos para asegurar la confiabilidad de los resultados a obtener en la validación.

Equipo	Imagen	Especificaciones	Ultima Fecha Calibración
pH metro		Marca: HACH Modelo: HQ11D Resolución: (0,01 Unidades de pH) Tolerancia: ± 0,24 Unidades de pH	05-10-2018

## METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN

Para desarrollar la evaluación del método se utilizan soluciones patrón de valores de pH iguales a 4, 7 y 10, las cuales son proporcionadas por el laboratorio. Estas pruebas están basadas en la validación del método realizada por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales, se explican a detalle en el diagrama de proceso que se encuentra a continuación.



## PARÁMETROS ESTADÍSTICOS

Los parámetros a evaluar para la validación de del pH son Linealidad, Sensibilidad, Precisión y Exactitud. El intervalo de trabajo utilizado corresponde a las soluciones buffer de calibración de valores de pH=4, pH=7 y pH=10.

**Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con las soluciones buffer como se muestra a continuación.

Pendiente de la recta

$$b = \frac{\sum_i(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_i(x_i - \bar{x})^2}$$

Ordenada de origen de la recta

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Coefficiente de correlación

$$r = \frac{\sum_i(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\{[\sum_i(x_i - \bar{x})^2][\sum_i(y_i - \bar{y})^2]\}^{\frac{1}{2}}}$$

Donde:

$\bar{y}$  = Media de los datos de y.

$\bar{x}$  = Media de los datos de x.

Para comprobar una correlación significativa, es decir,  $H_0$  = Correlación cero, calcular:

Estadístico t para el coeficiente de correlación

$$t = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Donde:

t = Valor del estimador t Student obtenido para el coeficiente de correlación

|r| = Valor absoluto del coeficiente de correlación

n - 2 = Número de grados de libertad

r<sup>2</sup> = Valor del coeficiente de determinación

Se compara el valor de t calculado con el valor de tablas a un nivel de significancia del 95%, con un contraste de 2 colas y n-2 grados de libertad.

Criterio de aceptación:

Si  $t_{cal} \geq t_{tab}$  se rechaza la hipótesis nula.

**Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

Repetibilidad. Es conocida como la precisión de los resultados bajo las mismas condiciones de operación, es decir el mismo método, materiales, operador y equipo.

Reproducibilidad. Es la precisión de los resultados bajo variaciones de las condiciones de operación.

Desviación estándar

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Donde:

$\bar{x}$  = Promedio de las concentraciones

$x_i$  = Concentración de cada réplica

n = Numero de replicas

Coeficiente de variación

$$\%CV = \frac{S}{\bar{x}} * 100$$

Donde:

S = Desviación estándar.

$\bar{x}$  = Media de los datos

Valor	Calificación
0 - 7%	Precisa
8 - 14%	Precisión aceptable
15 - 20%	Precisión regular
>20%	Poco precisa

Una vez son obtenidos estos parámetros, para el caso de la reproducibilidad caso se realiza el análisis de varianza de un factor (ANOVA) el cual permite estimar las posibles causas de variación en los métodos.

Se plantean dos hipótesis (nula y alterna) para determinar si existen o no diferencias estadísticamente significativas donde inicialmente se realiza el contraste F el cual se compara con su valor teórico a un nivel de confianza de 95%.

Las hipótesis planteadas para cada muestra son las siguientes:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

$$H_A: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

Donde:

Ho: No existen diferencias significativas en los resultados.

HA: Existen diferencias significativas en los resultados.

Criterio	Resultado
$F_{exp} > F_{teorica}$	Rechaza Ho
$F_{exp} < F_{teorica}$	Acepta Ho

El valor de F teórica es consultado en las tablas de Fisher para una significancia de 0.05 teniendo en cuenta los grados de libertad empleados.

**Exactitud.** Para el cálculo del parámetro se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Intervalo de confianza

$$\bar{y} - t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n} \leq \mu \leq \bar{y} + t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n}$$

Error relativo

$$\%Error = \frac{x_{real} - x_{exp}}{x_{real}} * 100$$

Donde:

$x_{real}$  = Valor esperado.

$x_{exp}$  = Valor obtenido experimentalmente.

## REVISIÓN Y APROBACIÓN

Elaboró: Tesistas QSE	Revisó:	Aprobó:

## **PROTOCOLO DE VALIDACIÓN TURBIEDAD**

### **OBJETIVO**

Establecer el procedimiento de validación del análisis físico-químico de determinación de turbiedad para su puesta en marcha en el laboratorio de control de calidad de agua potable de la empresa.

### **ALCANCE**

Este documento define la metodología de análisis, el procedimiento de preparación de muestras, los parámetros estadísticos que deben ser evaluados, los materiales, reactivos y equipos necesarios, y finalmente, establece las condiciones bajo las cuales debe ser ejecutada la validación.

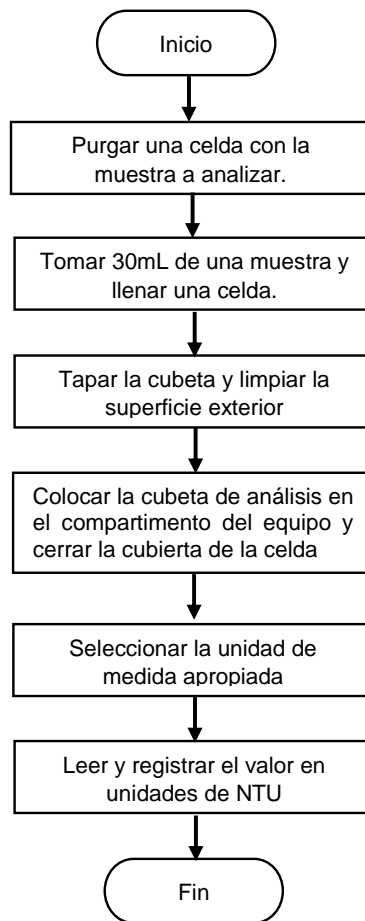
### **RESPONSABILIDAD**

El cumplimiento y buen manejo de este protocolo es responsabilidad del área de aseguramiento de la calidad de la empresa-

### **METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN**

El análisis de la turbiedad se realiza a partir de los estándares de calibración del equipo, los cuales constan de diluciones de Formazina para valores de turbiedad de <0,1 NTU, 0,2 NTU, 200 NTU, 1000 NTU y 4000 NTU. Posteriormente, se realiza el procedimiento con base en el diagrama de proceso evidenciado a continuación.





## PARÁMETROS ESTADÍSTICOS

Los parámetros a evaluar para la validación de la Turbidez son Linealidad y Sensibilidad, Precisión y Exactitud.

El intervalo de trabajo está dado por los estándares de Formazina, siendo de valores 0,1 NTU hasta 4000 NTU

**Linealidad y Sensibilidad.** La curva de calibración se lleva a cabo con los estándares de Formazina y las ecuaciones dadas a continuación.

Pendiente de la recta

$$b = \frac{\sum_i(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_i(x_i - \bar{x})^2}$$

Ordenada de origen de la recta

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Coefficiente de correlación

$$r = \frac{\sum_i (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\{[\sum_i (x_i - \bar{x})^2][\sum_i (y_i - \bar{y})^2]\}^{\frac{1}{2}}}$$

Donde:

$\bar{y}$  = Media de los datos de y.

$\bar{x}$  = Media de los datos de x.

Para comprobar una correlación significativa, es decir,  $H_0$  = Correlación cero, calcular:

Estadístico t para el coeficiente de correlación

$$t = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Donde:

t = Valor del estimador t Student obtenido para el coeficiente de correlación

|r| = Valor absoluto del coeficiente de correlación

n - 2 = Número de grados de libertad

r<sup>2</sup> = Valor del coeficiente de determinación

Se compara el valor de t calculado con el valor de tablas a un nivel de significancia del 95%, con un contraste de 2 colas y n-2 grados de libertad.

Criterio de aceptación:

Si  $t_{cal} \geq t_{tab}$  se rechaza la hipótesis nula.

**Precisión.** Para el cálculo de la precisión se realiza la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad por medio de la determinación de coeficiente de variación y el análisis de varianza de un factor (ANOVA) respectivamente.

**Repetibilidad.** Es conocida como la precisión de los resultados bajo las mismas condiciones de operación, es decir el mismo método, materiales, operador y equipo.

**Reproducibilidad.** Es la precisión de los resultados bajo variaciones de las condiciones de operación.

Desviación estándar

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Donde:

$\bar{x}$  = Promedio de las concentraciones

$x_i$  = Concentración de cada réplica

n = Numero de replicas

Coeficiente de variación

$$\%CV = \frac{S}{\bar{x}} * 100$$

Donde:

S = Desviación estándar.

$\bar{x}$  = Media de los datos

Valor	Calificación
0 - 7%	Precisa
8 - 14%	Precisión aceptable
15 - 20%	Precisión regular
>20%	Poco precisa

Una vez son obtenidos estos parámetros, para el caso de la reproducibilidad caso se realiza el análisis de varianza de un factor (ANOVA) el cual permite estimar las posibles causas de variación en los métodos.

Se plantean dos hipótesis (nula y alterna) para determinar si existen o no diferencias estadísticamente significativas donde inicialmente se realiza el contraste F el cual se compara con su valor teórico a un nivel de confianza de 95%.

Las hipótesis planteadas para cada muestra son las siguientes:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

$$H_A: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

Donde:

Ho: No existen diferencias significativas en los resultados.

HA: Existen diferencias significativas en los resultados.

<b>Criterio</b>	<b>Resultado</b>
F <sub>exp</sub> > F <sub>teorica</sub>	Rechaza Ho
F <sub>exp</sub> < F <sub>teorica</sub>	Acepta Ho

El valor de F teórica es consultado en las tablas de Fisher para una significancia de 0.05 teniendo en cuenta los grados de libertad empleados.

**Exactitud.** Para el cálculo del parámetro se determina el intervalo de confianza y el error sistemático de los resultados obtenidos experimentalmente.

Intervalo de confianza

$$\bar{y} - t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n} \leq \mu \leq \bar{y} + t_{\frac{\alpha}{2}, n-1} S / \sqrt{n}$$

Error relativo

$$\%Error = \frac{x_{real} - x_{exp}}{x_{real}} * 100$$

Donde:

x<sub>real</sub> = Valor esperado.

x<sub>exp</sub> = Valor obtenido experimentalmente.

## REVISIÓN Y APROBACIÓN

Elaboró: Tesistas QSE	Revisó:	Aprobó: