

DIAGNÓSTICO, PLANEACIÓN Y DISEÑO DE UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BAJO LA NTC-ISO/IEC 17025 PARA LOS PARÁMETROS FÍSICOQUÍMICOS DE TURBIDEZ, CLORO RESIDUAL, ALCALINIDAD Y DUREZA EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DEL AGUA POTABLE DE EMPOOBANDO E.S.P.

CAMILO DANIEL BONILLA PAZOS

**UNIVERSIDAD DE NARIÑO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
SAN JUAN DE PASTO
2015**

DIAGNÓSTICO, PLANEACION Y DISEÑO DE UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BAJO LA NTC-ISO/IEC 17025 PARA LOS PARÁMETROS FISICOQUÍMICOS DE TURBIDEZ, CLORO RESIDUAL, DUREZA Y ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DEL AGUA POTABLE DE EMPOOBANDO E.S.P.

CAMILO DANIEL BONILLA PAZOS

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de químico

Director

JUAN JOSÉ LOZADA CASTRO
Ph, D Ciencias Químicas

Coordinador técnico-científico

HENRY ERICK SÁNCHEZ
Ingeniero Químico

UNIVERSIDAD DE NARIÑO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
SAN JUAN DE PASTO
2015

Las ideas y conclusiones aportadas en el presente trabajo de grado son responsabilidad exclusiva del autor.

Artículo 1^{ro} del Acuerdo N°. 324 de octubre 11 de 1966 emanado por el Honorable Consejo Directivo de la Universidad de Nariño.

Nota de Aceptación:

Juan José Lozada Castro
Director

Freddy Pantoja Timarán
Jurado

Nelson Humberto Hurtado
Jurado

San Juan de Pasto, Junio de 2015

DEDICATORIA

“LOS PERROS ROMÁNTICOS

*En aquel tiempo yo tenía veinte años
y estaba loco.
Había perdido un país
pero había ganado un sueño.
Y si tenía ese sueño
lo demás no importaba.
Ni trabajar ni rezar
ni estudiar en la madrugada
junto a los perros románticos.
Y el sueño vivía en el vacío de mi espíritu.
Una habitación de madera,
en penumbras,
en uno de los pulmones del trópico.
Y a veces me volvía dentro de mí
y visitaba el sueño: estatua eternizada
en pensamientos líquidos,
un gusano blanco retorciéndose
en el amor.
Un amor desbocado.
Un sueño dentro de otro sueño.
Y la pesadilla me decía: crecerás.
Dejarás atrás las imágenes del dolor y del laberinto
y olvidarás.
Pero en aquel tiempo crecer hubiera sido un crimen.
Estoy aquí, dije, con los perros románticos
y aquí me voy a quedar.”*

Roberto Bolaño

RESUMEN

EMPOOBANDO E.S.P se dedica a la producción integral de agua potable y ejerce un control de calidad de su producto principal en laboratorio de control de calidad de agua potable EMPOOBANDOE.S.P (LCCAPE). Se requiere llevar a cabo el proceso de acreditación de dicho laboratorio. Se abarca el diseño y documentación de un sistema de gestión de calidad bajo la norma en cuestión y la implementación de métodos analíticos para la determinación de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza. El método nefelométrico (S.M. - 2130B) para determinación de turbidez, el método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CI G) para determinación de cloro residual, el método volumétrico o de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) para determinación de alcalinidad y el método de titulación con EDTA (S. M. - 2340 C) para determinación de dureza, se evaluaron con respecto a los siguientes criterios de desempeño: Linealidad, efecto de la matriz, límite de detección, sesgo proporcional, sesgo constante, repetibilidad instrumental, repetibilidad del método, precisión intermedia, cartas de control e incertidumbre. Los métodos presentan un comportamiento lineal y homocedástico en el análisis de sus correspondientes parámetros fisicoquímicos. Además, se evidencia que dichos métodos presentan: una saturación del efecto interactivo en el análisis de muestras reales de agua potable, una exactitud en términos de veracidad sin sesgos significativos a un 95% de confianza, una exactitud en términos de precisión congruente con la bibliografía. Los métodos descritos se encuentran bajo control de calidad y proporcionan resultados que no se desvían de los límites de control establecidos por la validación. El presente trabajo se realizó bajo convenio interinstitucional entre la Universidad de Nariño y la empresa EMPOOBANDO E.S.P. Se evidencia una buena retroalimentación entre ambas entidades a nivel de personal, técnico y científico que se refleja en los resultados y mejoras que son descritos en este trabajo.

AUTOR: Camilo Bonilla

PALABRAS CLAVE: Sistema de gestión, NTC – 17025, validación de métodos, turbidez, dureza, cloro residual, alcalinidad, agua potable.

ABSTRACT

EMPOOBANDO E.S.P. produces drinking water and has a quality control of its main product in laboratory of quality control of drinking water EMPOOBANDO E.S.P. (LQCDWE) and requires to carry out the process accreditation of the laboratory. This paper, describes the design and documentation of a quality management system under the NTC – 17025 and the implementation of analytical methods for the determination of turbidity, residual chlorine, alkalinity and hardness. The nephelometric method (SM - 2130B) for determination of turbidity, DFD photometric method (SM - 4500 Cl-G) for determination of residual chlorine, the volumetric titration method or HCl (SM - 2320 B) for determination of total alkalinity, and the titration method with EDTA (SM 2340 C) for determination of total hardness, were evaluated with respect to the following performance criteria: Linearity, matrix effect, LOD, bias proportional, constant bias, repeatability instrumental, repeatability, intermediate precision, control charts and uncertainty. The methods have a linear homoscedastic model on analysis of physicochemical parameters. In addition, it suggests that these methods have a saturation effect in interactive analysis of real samples of drinking water and provides accurate data in terms of accuracy without significant biases by 95% in terms of confidence, and shows a precision like to reported data for these methods in the analysis of drinking water. The methods described are under quality control, and provide results whose randomness are maintained and not deviate from the control limits established by the validation. This work was conducted under interagency agreement between the University of Nariño and the company EMPOOBANDO ESP. Good work between the two organizations in terms of personnel, technical and scientific reflected in the results and improvements that are described in this paper.

AUTHOR: Camilo Bonilla

KEY WORDS: Quality management system, NTC - 17025, method validation, turbidity, hardness, residual chlorine, alkalinity, drinking water.

TABLA DE CONTENIDO

	pág
INTRODUCCIÓN	21
2 OBJETIVOS	22
2.1 OBJETIVO GENERAL.....	22
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	22
3 MARCO TEÓRICO.....	23
3.1 LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE AGUA POTABLE DE EMPOOBANDO E.S.P. (LCCAPE)	23
3.2 NORMA TÉCNICA COLOMBIANA ISO/ IEC 17025: REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN	23
3.3 IMPLEMENTACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE TURBIDEZ, CLORO RESIDUAL, ALCALINIDAD Y DUREZA EN EL LCCAPE.....	25
3.3.1 Elección de parámetros fisicoquímicos del agua.....	25
3.3.1.1 Turbidez.	26
3.3.1.2 Cloro residual.	26
3.3.1.3 Alcalinidad total.	26
3.3.1.4 Dureza total.	26
3.3.2 Métodos analíticos para la determinación de los parámetros fisicoquímicos escogidos.....	26
3.3.2.1 Método nefelométrico para determinación de turbidez (S. M. - 2130B). ...	27
3.3.2.2 Método fotométrico DFD para determinación de cloro residual (S. M. - 4500-Cl G).	27

3.3.2.3 Método volumétrico o de titulación para determinación de alcalinidad (S.M. - 2320 B).	28
3.3.2.4 Método de titulación con EDTA para determinación de dureza (S.M. - 2340 C.).	29
3.4 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS	29
3.4.1 Definición y propósito de validación.	29
3.4.2 Criterios de validación de métodos analíticos.	30
3.4.2.1 Linealidad y rango.	31
3.4.2.2 Exactitud.	42
3.4.2.3 Incertidumbre.	49
3.4.2.4 Control de calidad.	50
3.5 COMPARACIONES INTER-LABORATORIO Y ENSAYOS DE COMPETENCIA	51
3.5.1 Control de Calidad de Aguas Potables PICCAP.	51
3.5.2 Evaluación del desempeño.	52
4 METODOLOGÍA	53
4.1 METODOLOGÍA DE DIAGNÓSTICO, PLANEACIÓN Y DISEÑO DE UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BAJO LA NTC-ISO/IEC 17025	53
4.1.1 Diagnóstico de LCCAPE frente a NTC ISO/IEC – 17025.	54
4.1.2 Planeación de un sistema de gestión de calidad NTC ISO/IEC- 10725.	54
4.1.3 Diseño y documentación del sistema de gestión de calidad NTC ISO/IEC-17025.	54
4.2 METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN INTERNA DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS ELEGIDOS.	55
4.2.1 Validación interna de Método nefelométrico (S. M. - 2130B).	55
4.2.1.1 Procedimiento de medición de turbidez.	55
4.2.1.2 Plan de validación.	56

4.2.2 Validación del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CI G) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P	58
4.2.2.1 Procedimiento de medición de cloro residual.....	58
4.2.2.2 Plan de validación.....	59
4.2.3 Validación del Método Volumétrico o de Titulación (S. M. - 2320 B) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P.	61
4.2.3.1 Procedimiento de medición de alcalinidad total	61
4.2.3.2 Plan de validación.....	63
4.2.4 Validación del Método de Titulación con EDTA (S. M. - 2340 C) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P	64
4.2.4.1 Procedimiento de medición de dureza	64
4.2.4.2 Plan de validación.....	66
4.3 IMPLEMENTACIÓN UN SISTEMA DE VALIDACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS EN EL LABORATORIO A TRAVÉS DE PICCAP.....	67
4.4 METODOLOGÍA DE ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LAS VALIDACIONES	69
4.4.1 Linealidad y rango.....	69
4.4.1.1 Calibración.....	69
4.4.1.2 Efecto general de la matriz.....	70
4.4.1.3 Límite de detección.....	70
4.4.2 Exactitud.....	71
4.4.2.1 Veracidad.....	71
4.4.2.2 Precisión.....	71
4.4.3 Control de calidad.....	72
5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	73
5.1 DIAGNÓSTICO, PLANEACIÓN Y DISEÑO DE UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BAJO LA NTC–ISO/IEC 17025	73

5.1.1	Diagnóstico de LCCAPE frente a NTC ISO/IEC – 17025.....	73
5.1.2	Planeación de un Sistema de Gestión de Calidad NTC ISO/IEC- 10725....	74
5.1.3	Diseño y documentación del sistema de gestión de calidad NTC ISO/IEC-10725.....	74
5.2	VALIDACIÓN INTERNA DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS ELEGIDOS PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE TURBIDEZ, CLORO RESIDUAL, ALCALINIDAD Y DUREZA EN EL LCCAPE.....	75
5.2.1	Validación del método nefelométrico para el análisis de agua potable en LCCAPE.	76
5.2.1.1	Linealidad y Rango.....	76
5.2.1.2	Exactitud.	83
5.2.1.3	Cálculo de la turbidez de una muestra y su incertidumbre.....	85
5.2.1.4	Control de calidad.	86
5.2.2	Validación del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CL G) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P	87
5.2.2.1	Linealidad y rango.....	87
5.2.2.2	Exactitud	94
5.2.2.3	Cálculo del cloro residual de una muestra y su incertidumbre	98
5.2.2.4	Control de calidad	98
5.2.3	Validación del Método Volumétrico o de Titulación (S. M. - 2320 B) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P	99
5.2.3.1	Linealidad y rango.....	100
5.2.3.2	Exactitud	106
5.2.3.3	Cálculo de la alcalinidad total de una muestra y su incertidumbre.....	108
5.2.3.4	Control de calidad	109
5.2.4	Validación del Método de Titulación con EDTA (S. M. - 2340 C) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P	110

5.2.4.1 Linealidad y Rango.....	111
5.2.4.2 Exactitud	116
5.2.4.3 Cálculo de la dureza de una muestra y su incertidumbre.....	118
5.2.4.4 Control de Calidad.....	119
5.3 SISTEMA DE VALIDACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS EN EL LABORATORIO A TRAVÉS DE PICCAP.....	120
CONCLUSIONES	123
RECOMENDACIONES.....	124
BIBLIOGRAFÍA.....	125
ANEXOS.....	129

ABREVIATURAS

LCCAPE	Laboratorio de control de calidad de agua potable de Empoobando E.S.P
E.S.P	Empresa de servicios públicos
NTC	Norma técnica colombiana
ISO	International Organization for Standardization
IEC	International Electrotechnical Commission
ONAC	Organización Nacional de Acreditación
SGC - 17025	Sistema de Gestión bajo Norma 17025
UNT	Unidades nefelométricas de turbidez
Abs	Absorbancia
S.M.	Standard methods for the examination of water and wastewater
DFD	N, N'- dipropil fenilendiamina
EDTA	Ácido etilendiaminotetracético

LISTA DE TABLAS

	pág
Tabla 1. Verificación del modelo de regresión del método nefelométrico	76
Tabla 2. Análisis de regresión lineal y de varianza de Calibración del Método nefelométrico	78
Tabla 3. Número de determinaciones necesarias del método nefelométrico.....	81
Tabla 4. Número de lecturas necesarias del método nefelométrico	81
Tabla 5. Análisis estadístico del efecto de la matriz en el método nefelométrico..	82
Tabla 6. Sesgo proporcional del método nefelométrico	84
Tabla 7. Repetibilidad del método nefelométrico.	85
Tabla 8. Análisis multifactorial de la precisión intermedia del método nefelométrico	85
Tabla 9. Verificación del modelo de regresión del método fotométrico DFD	88
Tabla 10. Análisis de regresión lineal y de varianza de Calibración del Método Fotométrico DFD.....	90
Tabla 11. Número de determinaciones para el método fotométrico DFD	92
Tabla 12. Número de lecturas para el método fotométrico DFD	92
Tabla 13. Análisis estadístico del efecto de la matriz en el método fotométrico DFD	94
Tabla 14. Sesgo proporcional para el método fotométrico DFD	95
Tabla 15. Repetibilidad del método fotométrico DFD.....	96
Tabla 16. Análisis multifactorial de la Precisión Intermedia del método fotométrico DFD.	97
Tabla 17. Verificación del modelo de regresión del método de titulación con HCl	100

Tabla 18. Análisis de regresión y de varianza de calibración de método de titulación con HCl.....	103
Tabla 19. Número de determinaciones de método de titulación con HCl	104
Tabla 20. Test de Chow del efecto de matriz en método de titulación con HCl ..	105
Tabla 21. Sesgo proporcional de método de titulación con HCl.....	106
Tabla 22. Repetibilidad del método de titulación con HCl.....	107
Tabla 23. Precisión Intermedia de método de titulación con HCl.....	108
Tabla 24. Componentes de la incertidumbre en el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B).....	109
Tabla 25. Verificación del modelo de titulación con EDTA (S. M. - 2340 C)	111
Tabla 26. Análisis de regresión y de varianza de calibrado de modelo de titulación con EDTA	113
Tabla 27. Número determinaciones para modelo de titulación con EDTA.....	115
Tabla 28. Análisis estadístico del efecto de la matriz de modelo de titulación con EDTA	115
Tabla 29. Sesgo proporcional de modelo de titulación con EDTA	116
Tabla 30. Repetibilidad de modelo de titulación con EDTA	117
Tabla 31. Análisis de varianza multifactorial de precisión intermedia de modelo de titulación con EDTA	118
Tabla 32. Componentes de la incertidumbre en el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B.).....	119
Tabla 33. Comparación Inter-laboratorio PICCAP. Resultados del 1 ^{er} ensayo de competencia.....	120
Tabla 34. Comparación Inter-laboratorio PICCAP. Resultados del 2 ^{do} ensayo de competencia.....	121
Tabla 35. Comparación Inter-laboratorio PICCAP. Resultados del 3 ^{ro} ensayo de competencia.	121

LISTA DE CUADROS

pág

Cuadro 1. Parámetros escogidos y métodos analíticos usados por el Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable de EMPOOBANDO E.S.P.....	25
Cuadro 2. Composición de la señal analítica frente a los niveles de concentración para el análisis de varianza	38
Cuadro 3. Análisis varianza simple para el modelo lineal de los efectos de factor fijo aplicado a una calibración	39
Cuadro 4. ANOVA de cuatro factores para Precisión Intermedia	47
Cuadro 5. Fuentes de variación de la precisión intermedia	48
Cuadro 6. Materiales enviados en cada ensayo de competencia de PICCAP	68
Cuadro 7. Incertidumbre asociada a la medición de turbidez	86
Cuadro 8. Incertidumbre asociada a la medición de cloro residual.....	98

LISTA DE GRÁFICAS

pág

Gráfica 1. Diagnóstico de cumplimiento del LCCAPE frente a NTC 17025.	73
Gráfica 2. Distancias de Cook de la Calibración del método nefelométrico.....	77
Gráfica 3. Comportamiento de los residuos de la Calibración del método nefelométrico	78
Gráfica 4. Recta de Calibrado del método nefelométrico.....	80
Gráfica 5. Recta de Youden del método nefelométrico.....	84
Gráfica 6. Diagrama de Shewart para el método nefelométrico.....	87
Gráfica 7. Distancias de Cook de la Calibración del método fotométrico DFD	88
Gráfica 8. Comportamiento de los residuos de la Calibración del método fotométrico DFD.....	89
Gráfica 9. Recta de Calibrado del método fotométrico DFD	92
Gráfica 10. Recta de Youden de método fotométrico DFD.....	95
Gráfica 11. Diagrama de Shewart del Método Fotométrico DFD.....	99
Gráfica 12. Distancias de Cook del método de titulación con HCl	101
Gráfica 13. Comportamiento de residuos de método de titulación con HCl.....	102
Gráfica 14. Recta de calibrado de método de titulación con HCl.....	104
Gráfica 15. Recta de Youden del método de titulación con HCl	106
Gráfica 16. Diagramas de Shewart para método de titulación con HCl	109
Gráfica 17. Distancias de Cook de calibración de modelo de titulación con EDTA	112
Gráfica 18. Comportamiento de residuales del modelo de titulación con EDTA.	112

Gráfica 19. Recta de calibrado de modelo de titulación con EDTA.....	114
Gráfica 20. Recta de Youden para modelo de titulación con EDTA.....	117
Gráfica 21. Diagrama de Shewart de modelo de titulación con EDTA.....	119

LISTA DE FIGURAS

pág

Figura 1. Sesgo constante, δ_{cte} , a partir del método de Youden.	44
Figura 2. Diseño anidado completo elegido para la determinación de la precisión intermedia de los métodos analíticos.	47
Figura 3. Diseño metodológico para el diseño del sistema de gestión de calidad para el LCCAPE.....	53
Figura 4. Estructura del Manual de Calidad LCCAPE.....	75

LISTA DE ANEXOS

	pág
ANEXO A.....	130
ANEXO B.....	161
ANEXO C.....	180
ANEXO D.....	259
ANEXO E.....	294
ANEXO F.....	310

1 INTRODUCCIÓN

EMPOOBANDO E.S.P es una empresa de servicios públicos domiciliarios, que se dedica a la producción integral de agua potable, manejo de redes de acueducto, alcantarillado y conservación del ambiente. Su misión es satisfacer las necesidades de sus usuarios y contribuir al mejoramiento en la calidad de vida de la comunidad. Para ello ejerce un control de calidad de su producto principal en laboratorio de control de calidad de agua potable EMPOOBANDO E.S.P (LCCAPE).

Los requisitos mínimos que este laboratorio cumple son: La infraestructura, dotación, equipos y elementos de laboratorio necesarios para realizar los análisis, el personal competente para esta actividad y participación en el Programa Interlaboratorio de Control de Calidad del Agua Potable – PICCAP – liderado por el Instituto Nacional de Salud. Sin embargo, actualmente el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P. (LCCAPE) no cuenta con un Sistema de Gestión de la Calidad y Acreditación para Pruebas de Ensayo ante entidades nacionales o internacionales.

EMPOOBANDO E.S.P. quiere llevar a cabo el proceso de acreditación de dicho laboratorio. Para ello debe implementar un sistema de gestión de calidad bajo la NTC – ISO/IEC 17025 para los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza en dicho laboratorio. Según dicha norma, el laboratorio debe confirmar que puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos o las calibraciones. Esto se connota como la validación interna de los métodos dentro de LCCAPE.

Por tanto, EMPOOBANDO E.S.P. celebró un convenio en coordinación institucional con la Universidad de Nariño para el desarrollo de el presente trabajo que corresponde al diagnóstico, planeación, diseño y documentación de un sistema de gestión de calidad, además a la validación interna de métodos analíticos para la determinación de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza teniendo en cuenta los requisitos de la NTC – ISO/IEC 17025 en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P. (LCCAPE). El desarrollo de este trabajo es un requisito en la acreditación del laboratorio ante el organismo nacional de acreditación de Colombia – ONAC.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

Diagnosticar, planear y diseñar un sistema de gestión de calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025 para los parámetros fisicoquímicos de turbidez, cloro residual, dureza y alcalinidad en el laboratorio de control de calidad del agua potable de EMPOOBANDO E.S.P.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Diagnosticar, planear y diseñar un sistema de gestión en el Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. respecto a la NTC-ISO/IEC 17025.
- Realizar la validación interna de los métodos analíticos elegidos – establecidos en el marco teórico- para la determinación de los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza en el Laboratorio de Control de calidad de Agua Potable de EMPOOBANDO E.S.P.
- Implementar un sistema de validación de resultados obtenidos en el laboratorio a través de comparaciones inter-laboratorio y ensayos de competencia.

3 MARCO TEÓRICO

3.1 LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE AGUA POTABLE DE EMPOOBANDO E.S.P. (LCCAPE)

El LCCAPE es un subsistema de la empresa EMPOOBANDO E.S.P.¹ que realiza los procedimientos de análisis de las características físicas, químicas y microbiológicas del agua para consumo humano y se encuentra autorizado por la resolución N° 004353 de 2013 del Ministerio de Protección Social de la República de Colombia² para la realización de dichos procedimientos en cumplimiento por lo establecido por el decreto 1575 del 2007³.

3.2 NORMA TÉCNICA COLOMBIANA ISO/ IEC 17025: REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN⁴

Esta norma establece los requisitos a cumplir por parte de los laboratorios de ensayo y calibración para la realización de ensayos y/o de calibraciones, incluido el muestreo. Dicha norma surgió como una guía genérica de referencia para aquellos laboratorios que realizan actividades de ensayo o calibración y que pretenden demostrar: que operan un sistema de gestión de la calidad eficaz y en mejora continua, que son técnicamente competentes y que son capaces de producir resultados de ensayo o calibración confiables⁵.

Los requisitos para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración que se establecen según esta norma, son relativos a la gestión y a los aspectos técnicos del laboratorio.

¹EMPOOBANDO E.S.P. (2014, Enero). MISIÓN Y VISIÓN. Documento interno no publicado, Empoobando. E.S:P.

²COLOMBIA. MINISTERIO DE PROTECCIÓN SOCIAL. Resolución N° 004353. (23, Octubre, 2013). Por la cual se autorizan laboratorios para la realización de análisis fisicoquímicos y microbiológicos al agua para consumo humano. Bogotá, D.C., 2013. P. 1 – 13.

³COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL. DECRETO 1575. (9, Mayo, 2007). Por el cual se establece el Sistema para la Protección y Control de la Calidad del Agua para Consumo Humano. Bogotá, D. C., 2007. p. 12.

⁴ ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE NORMALIZACIÓN Y COMISIÓN ELECTROTÉCNICA INTERNACIONAL. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. 17025. 2º Ed. SUIZA. ISO. 2005.

⁵ GORDILLO, L.M., Diseño, Documentación e implementación del sistema de gestión de calidad bajo la NTC ISO/IEC 17025:2005 en el laboratorio de Validación y metrología de la UEN FCV bioingeniería. Floridablanca. Universidad Pontificia Bolivariana. 2010. p. 37.

Requisitos relativos a la gestión: Estos requisitos comprenden la gestión de los siguientes aspectos:

- La organización del laboratorio, con respecto a personal y el manejo de recursos;
- El sistema de gestión usado para el control de documentos,
- Las revisiones de los pedidos, las ofertas y contratos,
- La subcontratación de ensayos y de calibraciones,
- Las compras de servicios y de suministros, el servicio al cliente,
- Las quejas,
- El control de trabajos de ensayos y/o de calibraciones no conformes,
- Las mejoras,
- Las acciones correctivas,
- Las acciones preventivas,
- El control de los registros,
- Las auditorías internas
- Las revisiones por parte de la dirección.

Requisitos relativos a los aspectos técnicos: Estos requisitos comprenden la idoneidad del laboratorio con respecto a:

- El personal,
- Las instalaciones y condiciones ambientales,
- Los métodos de ensayo y de calibración,
- Validación de los métodos, los equipos,
- La trazabilidad de las mediciones,
- El muestreo,
- Manipulación de los ítems de ensayo y de calibración,
- Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de calibración,
- Informes de los resultados.

Para dar cumplimiento de esta norma, el LCCAPE debe abarcar dos procesos:

a) la implementación de un sistema de gestión de calidad bajo la NTC – ISO/IEC 17025, SGC – 17025, el cual proporcionaría el cumplimiento de los requisitos relativos a la gestión.

b) la implementación de métodos analíticos para la determinación de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza, donde se contempla la validación interna de los métodos y la inclusión en ensayos de competencia, la cual proporcionaría el cumplimiento de los requisitos relativos a los aspectos técnicos. }

Ambos objetivos corresponden a la implementación del SGC – 17025.

3.3 IMPLEMENTACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE TURBIDEZ, CLORO RESIDUAL, ALCALINIDAD Y DUREZA EN EL LCCAPE.

3.3.1 Elección de parámetros fisicoquímicos del agua.

Cuadro 1. Parámetros escogidos y métodos analíticos usados por el Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable de EMPOOBANDO E.S.P.

Tipo de característica	Característica	Valor Nominal	Expresadas como	Método analítico
Características básicas (físicas y químicas)	Turbidez	2,00	Unidades nefelométricas (UNT)	Nefelometría
	Cloro Residual	0,3 - 2,0	mg/L de cloro residual	Espectrofotometría UV - Visible
Características químicas que tienen mayores consecuencias económicas e indirectas sobre la salud humana	Alcalinidad Total	200	mg/L de CaCO ₃	Volumetría
	Dureza Total	300	mg/L de CaCO ₃	Volumetría

Dentro de la ejecución del presente trabajo, se escogieron los parámetros fisicoquímicos referenciados en el cuadro 1 debido a la frecuencia con que se deben controlar⁶. Para estos parámetros, se implementaron métodos analíticos de medición ya que los ensayos correspondientes a estas determinaciones no tenían una metodología claramente establecida y, por ende, no ofrecían ninguna calidad.

Valor nominal: El valor nominal de un parámetro fisicoquímico es el nivel establecido por una normatividad para llevar a cabo un control de calidad. Este valor es un punto guía al establecer el alcance de la validación.

Los valores nominales considerados en este trabajo son los niveles de control establecidos para los parámetros fisicoquímicos en cuestión dentro de la resolución 2115 del 2007.

⁶COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115. (22, junio, 2007). Por medio de la cual se señalan características, instrumentos básicos y frecuencias del sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano. Bogotá, D. C., 2007. p. 14.

3.3.1.1 Turbidez.

Según la NTC – 4707⁷, La turbidez es la expresión de la propiedad óptica de la muestra que causa que los rayos de luz sean dispersados y absorbidos en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de la muestra.

3.3.1.2 Cloro residual.

Según la resolución 2115 del 2007, se define cloro residual libre como “aquella porción que queda en el agua después de un período de contacto definido, que reacciona química y biológicamente como ácido hipocloroso o como ión hipoclorito”⁸.

3.3.1.3 Alcalinidad total.

Según la norma NTC – 4803⁹, la alcalinidad se refiere a la presencia de sustancias hidrolizables en agua y que como producto de hidrólisis generan el ión hidroxilo (OH⁻), como son las bases fuertes, los hidróxidos de los metales alcalinotérreos, los carbonatos y fosfatos.

3.3.1.4 Dureza total.

La dureza se expresa según la concentración de carbonato de calcio que es equivalente a la concentración total de todos los cationes multivalentes de la muestra. Según la NTC–4706¹⁰, debido a que la concentración de iones calcio y magnesio en aguas naturales excede con mucho la de cualquier otro ion metálico, la dureza total se expresa como la suma de las concentraciones de calcio y magnesio, expresadas como ppm de carbonato de calcio (mg de CaCO₃/L)¹¹.

3.3.2 Métodos analíticos para la determinación de los parámetros fisicoquímicos escogidos.

Según la NTC ISO/ IEC 17025¹², un laboratorio de ensayo debe utilizar los

⁷ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Calidad del agua. Determinación de la turbiedad. Método nefelométrico. N° 4707. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

⁸ COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115. Op. cit., p. 1.

⁹ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Calidad del agua. Determinación de la acidez y determinación de la alcalinidad. N° 4803. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

¹⁰ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Calidad del agua. Determinación de la dureza. N° 4706. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

¹¹SKOOG D. A., WEST D. M. Y HOLLER F.J., *Fundamentos de Química Analítica*. 8º Edición. Reverte. Barcelona. (1997). 1172 p.

¹² ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE NORMALIZACIÓN Y COMISIÓN ELECTROTÉCNICA INTERNACIONAL. Op. Cit. p.1.

métodos analíticos que sean apropiados para los ensayos que realiza. Se deben utilizar preferentemente los métodos publicados como normas internacionales, regionales o nacionales. Estos métodos se denominan como métodos normalizados. En este caso, los métodos normalizados son aquellos publicados en una norma técnica colombiana. Para la evaluación de calidad de agua potable, estas normas son derivadas del Manual de métodos normalizados para el análisis de agua potable y residual publicado por laAPHA, AWWA y WEF. Ante un procedimiento de acreditación, las normas técnicas colombianas en cuestión y los métodos consignados en dicho manual son equivalentes.

3.3.2.1 Método nefelométrico para determinación de turbidez (S. M. - 2130B)¹³.

En este trabajo, el método seleccionado por LCCAPE para la determinación de turbidez es el método nefelométrico (S.M.- 2130B), debido a su precisión, sensibilidad, y aplicabilidad. La turbidez se reporta como unidades nefelométricas de turbidez (UNT). Este método se basa en una comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra en condiciones definidas con la intensidad de la luz dispersada por una suspensión estándar de referencia en las mismas condiciones. Las lecturas son realizadas empleando un turbidímetro calibrado con una suspensión de referencia de formacina. El polímero de formacina ha sido elegido como referencia debido a que es fácil de preparar y en cuanto a sus propiedades de dispersión de luz es más reproducible que otros como arcilla o agua turbia natural. Se usa una suspensión estándar de turbidez que corresponde a 4000 UNT.

3.3.2.2 Método fotométrico DFD para determinación de cloro residual (S. M. - 4500-CI G)¹⁴.

El método seleccionado por LCCAPE para la determinación de cloro residual es el método fotométrico con N'N'-dipropil-p-fenilendiamina (DFD) (S.M.-4500-CI G), ya que se puede valorar exactamente el contenido en cloro residual libre del agua con una pequeña cantidad de muestra (10 mL).

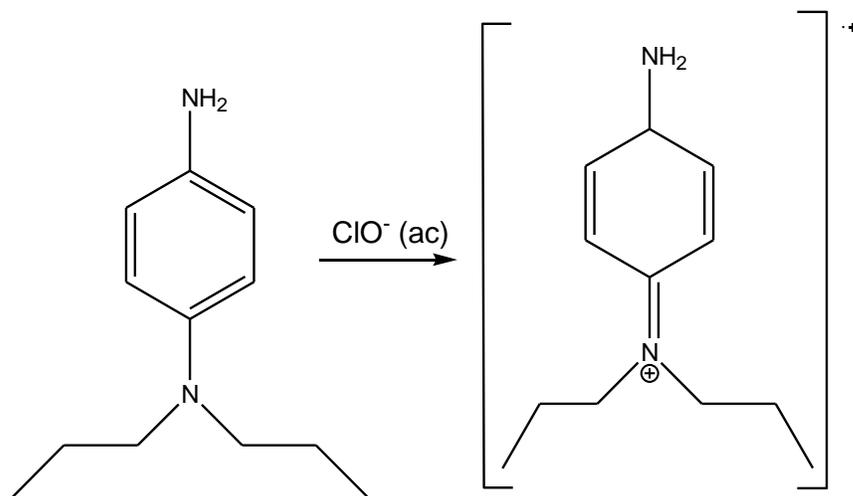
Además, el intervalo de trabajo que ofrece este método es el más adecuado para el control de calidad sugerido por la resolución 2115 del 2007, según la cual, se debe controlar los niveles de cloro residual en intervalos de (0,3 – 2 mg/L)¹⁵. En ausencia de iones yoduro, la DFD es oxidada por cloro, ácido hipocloroso e iones

¹³ RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, L.S. Standard Methods for Examination of Water & Wastewater. APHA, AWWA, WEF. 22^o Edition, 2012. 2671p.

¹⁴ Ibid., p. 653

¹⁵ COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115.Op. Cit. p. 5.

hipoclorito, para dar un producto de reacción violeta rojizo con estructura semiquinoide¹⁶:



Este producto es una especie cromófora de la región visible del espectro electromagnético a 550nm. La intensidad de la coloración es directamente proporcional a la cantidad de cloro residual existente en la muestra. De esta manera se puede determinar el cloro residual libre del agua analizada por fotometría visible¹⁷.

Fotometría Visible: La fotometría visible se basa en la medida de la transmitancia T o de la absorbancia A de disoluciones que se encuentran en cubetas transparentes que tienen un camino óptico de b cm. Normalmente la concentración C de un analito absorbente, está relacionada linealmente con la absorbancia como respuesta a la ecuación:

$$A = -\log(T) = -\log\left(\frac{P_0}{P}\right) = \xi \cdot b \cdot C \quad \text{Ec. 1}$$

3.3.2.3 Método volumétrico o de titulación para determinación de alcalinidad (S.M. - 2320 B)¹⁸.

El método seleccionado por LCCAPE para la determinación de alcalinidad es el método volumétrico (S.M.- 2320 B). Los iones hidroxilo presentes en una muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de solutos reaccionan con adiciones

¹⁶VERMA, K.K., JAIN, A., TOWNSHEND, A. Determination of free and combined residual chlorine by flow-injection spectrophotometry. *Analytica Chimica Acta*. 261, (1992) p. 233–240.

¹⁷SKOOG, D., HOLLER, J., NIEMAN, T. *Principios De Análisis Instrumental*. 5^o Edición. Mc Graw – Hill, 2001. 1024 p.

¹⁸RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI. *Op. Cit.*, p. 190-195

de ácido estandarizado. La alcalinidad, por tanto, depende del punto final de pH utilizado para su determinación. Un indicador de verde de bromocresol o una mezcla de verde de bromocresol con rojo de metilo puede ser usado para pH 4,5. En este trabajo se utilizó dicho indicador porque según la resolución 2115¹⁹, este parámetro se debe controlar como alcalinidad total.

3.3.2.4 Método de titulación con EDTA para determinación de dureza (S.M. - 2340 C.)²⁰.

El método seleccionado por el LCCAPE para la determinación de dureza es el método volumétrico de Valoración con EDTA (S. M.- 2340 C).

El ácido etilendiaminotetraacético (abreviado EDTA) y sus sales de sodio forman complejos solubles quelatados cuando se añaden a una solución de ciertos cationes metálicos en proporción de equivalentes 1:1. Al agregar una pequeña cantidad de un colorante tal como Eriocromo Negro T a una solución de pH= 10,0±0,1 que contenga iones de calcio y de magnesio, la solución cambia de color a vino tinto; Si se añade EDTA como un reactivo de valoración, se pueden acomplejar el calcio y el magnesio. Cuando todo el magnesio y el calcio se ha acomplejado la solución cambia del color vino tinto a azul, que marca el punto final de la valoración.

3.4 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS

Según la norma ISO 17025, el laboratorio debe confirmar que puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos. Esto se connota como la validación interna de los métodos dentro del LCCAPE, en otros términos su implementación²¹.

3.4.1 Definición y propósito de validación.

Aunque dentro del vocabulario de rutina de los laboratorios, un buen número de operaciones se asocian comúnmente con esta palabra, el significado exacto de validación, según lo citado en ISO 9000:2000²², es el siguiente:

¹⁹ COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115. Op. Cit. p. 4.

²⁰ RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI. Op. Cit., p. 209.

²¹ ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE NORMALIZACIÓN Y COMISIÓN ELECTROTÉCNICA INTERNACIONAL. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Op. Cit. p. 15.

²² ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE NORMALIZACIÓN Y COMISIÓN ELECTROTÉCNICA INTERNACIONAL. International Consensus on Good Quality Management Practices. ISO 9000. P. 18.

Validación: Confirmación, a través de la provisión de evidencia objetiva, del cumplimiento de unos requerimientos establecidos en función de un uso o aplicación que ha sido especificada.

En la norma ISO 17025, se define la validación con unas pequeñas variantes: “La validación es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto.”

3.4.2 Criterios de validación de métodos analíticos.

Los requerimientos de especificación en un proceso de validación son establecidos como criterios de validación y obedecen a la naturaleza del método y de su aplicación.

Estos criterios generalmente sirven para caracterizar un método analítico y determinar la calidad de los resultados que este genera²³.

Para los métodos normalizados, los criterios de validación se consideran según la Guía de Calidad para Química Analítica CITAC/EURACHEM²⁴ que establece que se debe evaluar cuatro aspectos del método:

- 1) Aplicabilidad en un intervalo especificado, o sea su linealidad y rango, que comprende la calibración, efecto general de la matriz y límite de detección
- 2) Exactitud en términos de veracidad, como recuperación y sesgo, y en términos de precisión, como repetibilidad y precisión intermedia
- 3) Incertidumbre como incertidumbre total 4) Control de calidad como cartas de control o diagramas de Shewart.

Los criterios de validación que se evalúan para cada uno de los métodos analíticos de este trabajo comprenden: *Linealidad, efecto de la matriz, límite de detección, sesgo proporcional, sesgo constante, repetibilidad instrumental, repetibilidad del método, precisión intermedia, cartas de control e incertidumbre total.*

En las secciones siguientes, se desglosa todo el argumento quimiométrico que sostiene la metodología experimental y de análisis estadístico usada para la evaluación de los criterios de validación de los cuatro métodos de este trabajo.

²³AEFI. Validación de métodos analíticos. 2001. pp. 23

²⁴CITAC/EURACHEM. Guide to Quality in Analytical Chemistry – An Aid to Accreditation. CITAC/EURACHEM. Prague. 2002.

3.4.2.1 Linealidad y rango.

3.4.2.1.1 Calibración.

Se entiende por calibración²⁵ al conjunto de operaciones que establece, bajo condiciones específicas, la relación entre las señales producidas por una instrumentación analítica y los correspondientes valores de concentración o masa del juego de patrones de calibrado. Es útil conocer algunas de las características de la calibración al comienzo de la validación de un método porque afectan a la estrategia para el desarrollo óptimo del procedimiento. Por ejemplo, si la función de calibración es lineal, pasa por el origen y no se ve afectada por la matriz del material de ensayo. El procedimiento habitual consiste en medir una serie de materiales de los cuales se conoce la concentración del analito. Estos patrones de calibración se miden en el instrumento analítico bajo las mismas condiciones que las utilizadas posteriormente para la medición de muestras problema²⁶. Se deben aplicar las siguientes directrices (para la calibración lineal de una variable):

- Se debe disponer de al menos seis patrones de calibración;
- Los patrones de calibración se deben distribuir de forma regular en el intervalo de concentraciones de interés;
- El intervalo debe abarcar del 0 al 150 % o del 50 al 150 % de la concentración probable o nominal, según cuál de los dos intervalos sea más adecuado y
- Los patrones de calibración se deben analizar al menos por duplicado y preferentemente por triplicado o más veces, en un orden aleatorio²⁷.

Tras un ajuste exploratorio mediante una regresión lineal simple, se debe examinar si existen tendencias evidentes en los valores de los residuos. En la calibración analítica, es bastante frecuente la heteroscedasticidad, y si se observa una tendencia que sugiera su existencia, es preferible procesar los datos de la calibración mediante una regresión ponderada²⁸.

3.4.2.1.1.1 Verificación del modelo de regresión.

A partir de la calibración se obtiene un modelo ajustado a los datos que nos informa acerca de la linealidad del método analítico, o sea, de su capacidad para obtener resultados directamente proporcionales a la concentración del analito en

²⁵ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Directrices armonizadas para la validación de métodos de análisis por un solo laboratorio (informe técnico de la IUPAC). Pure appl. Chem., Vol. 74. (2002). Nº 5, pp. 835–855

²⁶ Conference on harmonisation of technical requirements for registration of pharmaceuticals for human use. ICH harmonised tripartite guideline. Validation of analytical procedures: text and methodology .Somatek. (2014). p. 18.

²⁷ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. 846.

²⁸ Ibid. p. 847.

un intervalo de calibración estudiado.²⁹ Para evaluar la calibración de un método analítico y poder inferir de su linealidad, hay que verificar la siguiente suposición: La variabilidad de las mediciones de los patrones calibración, ya sea entre las mediciones de cada punto como en las lecturas dentro de cada medición, debe distribuirse normalmente³⁰. Por otra parte, el objetivo de una calibración es determinar el grado de sensibilidad de un método, por ende, el modelo que se aplica a una calibración es de factor fijo donde solo se varía la concentración en valores preestablecidos.

En dicho análisis, se establecen las siguientes pruebas estadísticas para evaluar tanto los supuestos de normalidad como el ajuste del modelo de regresión que resulta de la calibración³¹.

3.4.2.1.1.1.1 Identificación de valores atípicos.

Es necesario investigar los valores atípicos, porque pueden proporcionar información útil sobre los datos o el método. Para identificar estas anomalías, se establecen las siguientes pruebas.

Estadístico de Grubbs³²: La prueba de Grubbs determina si en los resultados obtenidos en la calibración se presentan desviaciones a una distribución normal. El estadístico utilizado es el siguiente:

$$G_{\text{Calc}} = \frac{|X_{\text{medición}} - \bar{X}|}{s}, \text{ para contrastar } G_{\text{Crit}}(\alpha, n) \quad \text{Ec. 2}$$

Donde \bar{X} es la media de los resultados obtenidos al medir un solo valor de la concentración, s es la desviación estándar de los resultados en ese nivel de concentración, $X_{\text{medición}}$ es el valor a verificar como dato anómalo. Generalmente, se requiere comprobar un conjunto de datos, por lo que se elige el valor máximo y el valor mínimo y se calcula el estadístico G para ambos casos, G_{min} y $G_{\text{máx}}$. Para el contraste se usa el valor G más alto, ya sea G_{min} o $G_{\text{máx}}$. El contraste se hace frente al valor de G_{Crit} con un nivel de significancia y tamaño de la muestra adecuados. La hipótesis nula establece: H_0 : Los valores no son atípicos de una distribución normal. La hipótesis alternativa establece H_1 : Existe al menos un valor atípico de una distribución normal. En el caso de la calibración, se hace para el conjunto de mediciones de cada nivel de concentración.

²⁹ MILLER, James., MILLER, Jane. Estadística y quimiometría para química analítica. 4ª Ed. Pearson Education, 2002. 286 p.

³⁰ MONTGOMERY, D., Diseño y análisis de experimentos. 2ª Ed. Limusa Wiley, 2006. 692 p.

³¹ CORDOVA., M., Estadística Descriptiva e Inferencial. 5ª Ed. Moshera. 2003. 518 p.

³² GRUBBS, F.E., BECK, G. *Extension of Sample Sizes and Percentage Points for Significance Tests of Outlying Observations*. Technometrics, Vol. 14. (1972). Nº 4, p. 847

Distancia de Cook³³: La distancia de Cook, o D, es una medida general del impacto combinado de cada observación sobre los valores ajustados.

$$D_i = \frac{\sum_{j=1}^n (\hat{Y}_j - \hat{Y}_{j(i)})^2}{p \cdot \text{MSE}}$$

Ec. 3

Si las distancias de Cook son mayores a la unidad quiere decir que existe un dato anómalo. Una sencilla manera de comparar los valores D consiste en graficarlos utilizando una gráfica de series de tiempo. Se utiliza para verificar si existen errores que afecten la calibración a lo largo de toda la regresión.

3.4.2.1.1.2 Pruebas de verificación del supuesto de normalidad.

Se debe comprobar que los resultados de las mediciones tienen una distribución normal y que los errores residuales del método obedecen a su inherente aleatoriedad, con el fin de que los estadísticos de significación sean válidos. Se llama residuos a los errores residuales o diferencias de los valores medidos con los valores ajustados.

Histograma de residuales³⁴: Es una herramienta exploratoria para mostrar las características generales de los residuos incluyendo valores típicos, dispersión y forma. Relaciona los errores residuales con sus frecuencias. Gráficamente, esta distribución de errores residuales debe ser similar a una distribución normal o de gauss.

Gráfica de probabilidad normal de residuos³⁵: Se utiliza para evaluar el ajuste de una distribución específica (en este caso, una distribución normal) a los resultados obtenidos.

Una gráfica de probabilidad de residuos relaciona cada residuo vs. el porcentaje de residuos que son menores que o iguales a éste, en una línea de distribución ajustada (línea intermedia).

Los puntos de esta gráfica deben generalmente formar una línea recta si los residuos están normalmente distribuidos. Si los puntos en la gráfica salen de una línea recta, el supuesto de normalidad puede ser no válido.

Una verificación cuantitativa de esta condición la proporciona el estadístico de Anderson- Darling.

³³ COOK, R.D. *Detection of Influential Observations in Linear Regression*. Technometrics, 19. (1977). p.15

³⁴ MONTGOMERY, D., Op. Cit. p.77

³⁵ Ibid. p.78

Estadístico de Anderson-Darling³⁶: Mide en qué grado los datos siguen una distribución particular (en este caso, una distribución normal). Mientras mejor se ajuste la distribución a los datos, menor será este estadístico. El estadístico que se utiliza es

$$A^2 = -N - S \quad \text{Ec. 4}$$

$$S = \sum_{k=1}^N \frac{2k-1}{N} [\text{Ln } F(R_k) + \text{Ln } (1 - F(R_{N+1-k}))] \quad \text{Ec. 5}$$

Donde A^2 es el valor del estadístico para los residuales de la calibración, N es el número total de mediciones que se hicieron en la calibración, k es el orden de la observación, $F(R_k)$ y $F(R_{N+1-k})$ son funciones de distribución acumulada de los residuales. En este trabajo, debido a que se compara frente a la distribución normal, el valor crítico de tabla³⁷ de este estadístico a un 95% de confianza es 0,751. Las hipótesis para la prueba de Anderson-Darling son: H_0 : Los datos siguen la distribución especificada y H_1 : Los datos no siguen una distribución especificada. Si A es menor que 0,751, la H_0 se acepta.

Residuos versus valores ajustados³⁸: Esta gráfica aplica para mostrar un patrón aleatorio de residuos. Si un punto se encuentra lejos de la mayoría de los puntos, puede ser un valor atípico. No deberá haber algún patrón reconocible en la gráfica de residuos.

Un análisis de regresión lineal y un análisis de varianza del mismo, solo tiene validez si la variabilidad a lo largo del intervalo de concentración de la calibración es constante. Esta homocedasticidad solo se puede evaluar después de haber comprobado el ajuste de los residuales a la distribución normal.

3.4.2.1.1.3 Homocedasticidad.

Estadístico de Bartlett³⁹: Es necesario comprobar que la variabilidad de los resultados obtenidos no se incremente al aumentar la concentración en el intervalo de validación establecido. Por tanto se evalúa la igualdad de las varianzas en cada uno de los niveles de concentración. Si este supuesto de homocedasticidad no se cumpliera, sería necesario hacer una regresión ponderada. Para evaluar este supuesto se utiliza la prueba de Bartlett. Este estadístico tiene una distribución de

³⁶ Muller, K.E., Peterson, B.L., *Practical methods for computing power in testing the multivariate general linear hypothesis*. Computational Statistics & Data Analysis. Volume 2, (1984). N° 2, p. 143–158

³⁷ CHUNG, C. *Simulation modeling handbook: a practical approach*. CRC press. (2004) p. 142

³⁸ MONTGOMERY, D., Op. Cit. p.78

³⁹ Ibid. p. 81.

muestreo que está muy cerca a la distribución χ -cuadrada y se calcula a partir de la siguiente igualdad.

$$\chi^2_{calc} = \frac{\left[\ln \frac{\sum_{i=1}^N S_i^2 (n_i - 1)}{\sum_{i=1}^N (n_i - 1)} \cdot \sum_{i=1}^N (n_i - 1) \right] - \sum_{i=1}^N \ln S_i^2 (n_i - 1)}{1 + \frac{K+1}{3(K-1)(N-K)}} \quad \text{Ec. 6}$$

Donde S_i es la varianza a cada nivel de concentración, K es el número de niveles de concentración, N es el número de señales analíticas obtenidas en la calibración y n_i es el número de señales analíticas obtenidas para un nivel de concentración. El valor calculado del estadístico se contrasta con el valor de la función ji-cuadrado a un nivel de significancia y con $K - 1$ grados de libertad. Las pruebas formales de hipótesis son $H_0: \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \dots = \sigma_j^2$ y $H_0: \sigma_i^2 \neq \sigma_j^2$ para cualquier par ij . Si el valor calculado del estadístico es mayor o igual que el reportado en las tablas estadísticas⁴⁰, se rechaza la hipótesis nula y se establece que el método no es homocedástico y que por tanto el análisis de regresión debe ser ponderado.

3.4.2.1.1.2 Análisis de regresión lineal.

Una vez verificados los supuestos necesarios para el análisis de regresión, se puede construir una gráfica de calibrado para obtener la concentración de un analito por interpolación. Para ello hay que confirmar unas condiciones referentes a la calibración: 1) Linealidad, es necesario establecer si la gráfica de calibrado describe una recta, 2) Regresión, se establece cual es la mejor línea recta que disminuye los errores de los puntos de calibración y 3) Límites de confianza, se determina cuáles son los errores y límites de confianza de la pendiente y ordenada en el origen de la recta. Como resultado se encuentra la recta de calibrado o modelo de datos, que generalmente tiene la forma $y = a + bx$, donde y es la señal analítica, x es la concentración, a es la ordenada en el origen y b es la pendiente.

Coeficiente de correlación (r)⁴¹: Se utiliza para estimar la bondad con que se ajustan los puntos experimentales a una línea recta. Este estadístico se calcula a partir de la ecuación 6.

$$r = \frac{\sum_i \{(X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})\}}{\{[\sum_i (X_i - \bar{X})^2][\sum_i (Y_i - \bar{Y})^2]\}^{1/2}} \quad \text{Ec. 7}$$

Generalmente, se considera solo el valor de r , pero no es suficiente. Es necesario hacer una prueba estadística de este valor para poder inferir algo de su resultado. Para probar una correlación significativa, es decir, H_0 : correlación cero, se debe calcular el estadístico t .

⁴⁰ Kuehl, R. Diseño de experimentos: principios estadísticos de diseño y análisis de investigación. Thomson learning. 2ª Edición, 2001. 680p.

⁴¹ Ibid. p. 92

$$t_{calc} = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}} \quad \text{Ec. 8}$$

Si t_{calc} es mayor que t_{crit} reportado para $n - 2$ grados de libertad, se rechaza la hipótesis nula y quiere decir que existe una correlación positiva en la calibración⁴².

Pendiente (b)⁴³: Es un coeficiente de regresión o gradiente de función de calibración que indica la sensibilidad del método y se expresa en unidades de respuesta sobre unidades de concentración o cantidad del analito. Un valor de pendiente (b) mayor que cero nos muestra una tendencia lineal creciente y por tanto nos da la relación de la señal analítica frente a cambios de la concentración del analito. Este valor se calcula por el método de los mínimos cuadrados a partir de:

$$b = \frac{\sum_i \{(X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})\}}{\sum_i (X_i - \bar{X})^2} \quad \text{Ec. 9}$$

Los errores aleatorios en los valores de pendiente son importantes. Para determinarlos se calcula el estadístico $S_{y/x}$ que estima los errores aleatorios en dirección de la señal analítica.

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum_i (Y_i - \hat{Y})^2}{n-2}} \quad \text{Ec. 10}$$

Una vez obtenido el valor anterior, se puede calcular la desviación estándar de la pendiente S_b .

$$S_b = \frac{S_{y/x}}{\sqrt{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}} \quad \text{Ec. 11}$$

A partir de S_b se puede comprobar que existe una pendiente significativamente distinta de cero mediante una prueba t de Student para un nivel de significación y $n-2$ grados de libertad. Para ello se calcula

$$t_{calc} = \frac{|b|}{S_b} \quad \text{Ec. 12}$$

La hipótesis nula es H_0 : la pendiente es significativamente distinta de cero y la hipótesis alternativa es H_1 : la pendiente no es significativamente distinta de cero. Si $t_{cal} > t_{crit}$ entonces, la hipótesis nula se acepta y se concluye que el método es sensible a la concentración del analito. Además se puede obtener los intervalos de confianza del valor de la pendiente.

⁴² MILLER, James., MILLER, Jane. Op. Cit. p. 118.

⁴³Ibid. p. 119

Ordenada en el origen (a)⁴⁴: Es el estimador que se relaciona con la presencia de interferencias o errores sistemáticos. El intervalo de confianza de la ordenada en el origen debe incluir al cero para cumplir con el requisito de proporcionalidad. Este valor se calcula a partir del método de los mínimos cuadrados con:

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

Ec. 13

Los errores aleatorios en la ordenada en el origen son necesarios para inferir la proporcionalidad del método.

$$S_a = S_{y/x} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i x^2}{n \sum_i (X_i - \bar{X})^2}}$$

Ec. 14

A partir de S_a se puede evaluar si la recta pasa por el origen de coordenadas determinado si la variable independiente es significativamente distinta de cero. Suele aceptarse que el valor de a sea como máximo el que corresponde a un 1% de la respuesta del analito al valor nominal. Se determina la proporcionalidad mediante una prueba t de Student para un nivel de significación y n-2 grados de libertad. Para ello se calcula

$$t_{calc} = \frac{|a|}{S_a}$$

Ec. 15

La hipótesis nula es H_0 : la ordenada en el origen es significativamente distinta de cero y la hipótesis alternativa es H_1 : la ordenada en el origen no es significativamente distinto de cero. Si $t_{cal} > t_{crit}$ entonces, la hipótesis nula se acepta. Además se calcula los intervalos de confianza del valor de la ordenada en el origen.

Gráfica de dispersión y regresión⁴⁵: Las gráficas de dispersión también son útiles para graficar la relación entre la señal analítica y la concentración. La recta de calibrado obtenida tiene la forma $y = a + bx$. Este modelo es lineal y es el que se encontró para todos los métodos validados en este trabajo.

Hasta este punto se tendría evaluada la calibración, sin embargo, es necesario hacer un análisis de varianza (ANOVA) para concluir que la variación de la señal analítica debida a la concentración es significativa al verificar que el efecto del factor de concentración para cada uno de los niveles de concentración es diferente y que por tanto el método proporciona una señal analítica significativa debida a la concentración⁴⁶

⁴⁴Ibid. p. 122.

⁴⁵CÓRDOVA., M., Op. Cit. 89

⁴⁶Ibid. p. 141.

3.4.2.1.1.3 Análisis de varianza.

Análisis de varianza de un solo factor aplicado a la calibración⁴⁷: El procedimiento de calibración se lo puede concebir de la siguiente manera. Se tiene que una variable independiente X, que es la concentración, irá variando en N niveles de concentración preestablecidos para la calibración. Cada distinto nivel de concentración va a tener un valor de señal analítica. Debido a que se debe disminuir el grado de incertidumbre y se está estudiando la variabilidad de los resultados del método, se miden réplicas provenientes de una solución patrón de calibración. Esto quiere decir que la señal analítica va a tener dos fuentes de variación: la primera, debida al aumento en el nivel de concentración; la segunda, debida a los errores aleatorios del método.

Cuadro 2. Composición de la señal analítica frente a los niveles de concentración para el análisis de varianza

Niveles de concentración, niveles de X	Señal analítica, Y				
	Señal i	n ₁	n ₂	...	n
N ₁	\hat{y}_1	y ₁₁	y ₁₂	...	y _{1j}
N ₂	\hat{y}_2	y ₂₁	y ₂₂	...	y _{2j}
.
.
.
N _i	\hat{y}_i	y _{i1}	y _{i2}	...	y _{ij}

En el cuadro 2 se hace una generalización de los resultados obtenidos en una calibración. La señal analítica y_{ij} representa, por tanto, la señal analítica de la réplica j-ésima del i-ésimo nivel de concentración. Cualquier valor de y_{ij} se ve afectado por la variación de la concentración y por los errores aleatorios. Por tanto, se puede establecer lo siguiente:

$$y_{ij} = \mu + T_i + E_{ij}$$

Ec. 16

μ es un parámetro común a todos los tratamientos al que se le llama media global, T_i es un parámetro único del efecto del nivel de concentración i-ésimo y E_{ij} es un componente del error aleatorio que incorpora todas las fuentes de variabilidad del experimento (incluye la variabilidad debida a mediciones, factores no controlados, diferencias entre los materiales de prueba y otras unidades experimentales, el ruido de fondo en general del proceso, variabilidad con el tiempo, efectos ambientales, en síntesis, a todos los efectos no controlables del método). Esta

⁴⁷ MONTGOMERY, D., Op. Cit. p. 63.

forma del modelo propuesto es llamada *modelo lineal de los efectos de factor fijo*⁴⁸. Lo importante en una calibración es observar la relación de la señal analítica del método con la concentración del analito, lo que en términos del modelo propuesto es el efecto de cada T_i (si el efecto de los niveles de concentración en la señal analítica son nulos, lógicamente los valores de T_i para cada nivel deben ser cero). Además, se puede observar el efecto de los errores aleatorios sobre la señal analítica del método, que en términos del modelo sería el efecto de cada E_{ij} (hay que connotar, que como E_{ij} representa los errores aleatorios y estos se distribuyen normalmente, la suma de estos errores debe ser cero). Lo anterior se puede evaluar por medio de un análisis de varianza de un solo factor o análisis de varianza simple.

Se explicó el modelo elegido para el presente trabajo con el fin de justificar la aplicación del análisis de varianza y ampliar la perspectiva sobre el proceso de calibración y sus fuentes de variación. El argumento estadístico y matemático del análisis de la descomposición de la suma de cuadrados total y la consecuente partición de la variabilidad total de sus componentes, es poco pertinente en la presentación del presente documento ya que es ampliamente conocido y referenciado bibliográficamente⁴⁹. Este trabajo se limita a argumentar el análisis estadístico inferencial que se puede realizar a partir de los resultados del análisis de varianza simple para el modelo lineal de los efectos de factor fijo. Un análisis de varianza simple para el modelo lineal de los efectos de factor fijo aplicado a una calibración de un método analítico nos proporciona el cuadro 3.

Cuadro 3. Análisis de varianza simple para el modelo lineal de los efectos de factor fijo aplicado a una calibración

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F_0
Debida a los niveles de concentración	$SS_{nivel} = n \sum_{i=1}^a (Y_i - \bar{Y}_i)^2$	$N_i - 1$	MS_{nivel}	$F_0 = \frac{MS_{nivel}}{MS_{e.a.}}$
Debida a los errores aleatorios	$SS_{e.a.} = SS_T - SS_{nivel}$	$N - N_i$	$MS_{e.a.}$	
Total	$SS_{total} = n \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2$	$N - 1$		

SS_{total} es la varianza muestral de las señales analíticas y , que es una medida estándar de la variabilidad de la calibración; $SS_{e.a.}/(N - N_i)$ es una estimación de la varianza común dentro de cada uno de los niveles de concentración; $SS_{nivel}/(N_i - 1)$ es una estimación de la varianza σ^2 si el efecto de los niveles de concentración

⁴⁸Ibid. p. 65.

⁴⁹TEJEDOR, F.J., Análisis de varianza: introducción conceptual y diseños básicos. ARCO LIBROS, 1999. ISBN 9788476353882

fuese nulo. N es el número total de mediciones analíticas, o sea, el número de valores Y_{ij} de la calibración (N es el producto de $i \times j$). N_i es el número de niveles de concentración.

A partir de estos resultados, se puede llevar a cabo una prueba formal de hipótesis de que no hay efecto de los niveles de concentración sobre la señal analítica $H_0: T_1 = T_2 = T_3 = \dots = 0$. Para ello recurrimos a la prueba de Cochran.

Prueba de Cochran⁵⁰: Es el estadístico de prueba para la hipótesis nula de que no hay efecto de los niveles de concentración sobre la señal analítica $H_0: T_1 = T_2 = T_3 = \dots = 0$. Para ello se calcula F_{calc} .

$$F_{calc} = \frac{MS_{nivel}}{MS_{e.a.}} \quad \text{Ec. 17}$$

F_{calc} se contrasta con el valor de F para N_i-1 y $N-N_i$ grados de libertad a un 95% de confianza. Si la hipótesis es falsa, es decir, si la señal analítica depende de la concentración, el valor del numerador de la anterior igualdad es más grande debido a que la variación debida a los niveles de concentración existe y por tanto el valor de F_0 es mayor que el valor de F_{crit} de tabla, así se logra inferir estadísticamente sobre la relación entre la señal analítica del método y la concentración de un analito.

3.4.2.1.1.4 Número de determinaciones y lecturas.⁵¹

Se debe establecer el número adecuado de determinaciones que debe realizarse sobre una muestra a través el método analítico en los ensayos de rutina para ofrecer una potencia estadística adecuada. Las curvas de operación característica son útiles para este objetivo⁵² y se puede usar estas curvas como guías en la selección del número de determinaciones para que el modelo sea sensible a las diferencias potenciales debidas a los niveles de concentración. El parámetro usado en este caso es ϕ ,

$$\phi^2 = \frac{n \sum_{i=1}^{N_i} T_i^2}{N_i S^2} \quad \text{Ec. 18}$$

Donde n es el número de réplicas. El efecto T_i se determina con las diferencias entre los valores medios de las señales analíticas para cada nivel de concentración y la media global de estos valores, y S^2 es la varianza global del método analítico.

⁵⁰Ibid. p. 69.

⁵¹Ibid. p. 108.

⁵²MONTGOMERY, D., Op. Cit. p. 89

$$T_i = \bar{y}_i - \mu \quad y \quad S^2 = \frac{\sum_{i=1}^{N_i} S_i^2}{N_i} \quad \text{Ec. 19}$$

Se compara ϕ con curvas de operación característica para $N_i - 1$ y $N - N_i$ grados de libertad y un nivel de significancia requerido y se establece el número de determinaciones adecuado.

Los ensayos nefelométricos y fotométricos permiten bastantes lecturas de la señal analítica en una determinación, y se hace necesario, además, establecer el número adecuado de esas lecturas. Para ello, se realiza el mismo procedimiento expuesto anteriormente a un solo nivel de concentración.

3.4.2.1.2 Ensayo del efecto general de la matriz.⁵³

Se debe evaluar que el método es apropiado para la matriz de agua potable correspondiente al trabajo de rutina del LCCAPE y que no se presentan los efectos de un posible mal apareamiento general de la matriz.

Para ello, se realizó un *ensayo del efecto general de la matriz* a través de adiciones de analito (también llamadas “adiciones de estándar”) a una solución de ensayo de una muestra de agua potable.

El ensayo se realiza de forma tal que se obtenga la misma dilución final que con el procedimiento normal y las adiciones deberían abarcar el mismo intervalo que la validación de la calibración definida por el procedimiento. Para comprobar que no existe dicho mal apareamiento, la literatura⁵⁴ asegura que con una comparación visual de las rectas de calibrado es suficiente para determinar dicho efecto. Sin embargo, en este trabajo se ha incluido un procedimiento estadístico con el cual asegurar dicha conclusión a partir de criterio medible

Test de Chow⁵⁵: El test de Chow prueba si los coeficientes de regresiones lineales para dos o más sets de datos son iguales. Se usa dicho test para probar la presencia de cambios debidos a la matriz de agua potable de LCCAPE en el modelo propuesto para el método a partir de la calibración. Si la diferencia no es significativa, no existe un efecto general de la matriz detectable.

3.4.2.1.3 Límite de detección.⁵⁶

⁵³MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. cit. 847.

⁵⁴MILLER, James., MILLER, Jane. Op. Cit. p. 131.

⁵⁵HOWARD, E. D. Applied Regression Analysis in Econometrics. CRC Press 1989, ISBN 0-8247-8049-3, p. 146

⁵⁶CITAC/EURACHEM.Op.cit. p. 850.

En términos generales, el límite de detección de un analito se puede describir como aquella concentración que proporciona una señal analítica significativamente diferente de la señal del blanco o ruido de fondo. Para la validación de los métodos, se siguió las directrices de IUPAC, según la cual, se debe estimar la precisión (S_0) basada en seis determinaciones completas independientes de un patrón a la concentración más baja y calcular el límite de detección aproximado como tres veces el valor de S_0 ($L.Det = 3S_0$)⁵⁷.

3.4.2.2 Exactitud⁵⁸.

Hasta este punto, se ha expuesto la verificación de la calibración cuyo objetivo práctico es validar el método analítico en un intervalo sugerido inicialmente para las muestras de agua potable de rutina del LCCAPE. Sin embargo, debe establecerse si el método cumple con criterios relacionados a su exactitud.

En cierto momento, el término exactitud se usó para referirse solamente a un componente que ahora se denomina *veracidad*, pero se hizo evidente que para muchas personas debía implicar una total desviación de un resultado respecto de un valor de referencia, debido a los efectos tanto aleatorios como sistemáticos. Durante mucho tiempo, el término *sesgo* se ha utilizado en temas estadísticos, pero debido a que daba lugar a ciertas objeciones entre miembros de algunas profesiones (tales como las del campo médico y las del campo legal), se ha preferido destacar el aspecto positivo recurriendo al término *veracidad*. Por tanto, se busca que el método proporcione resultados veraces y precisos para adjudicarle la característica de exactitud⁵⁹.

3.4.2.2.1 Veracidad⁶⁰.

La “veracidad” de un método de medición es de interés cuando es posible concebir un valor verdadero para la propiedad que se mide. La veracidad del método de medición se puede investigar a partir de la comparación del valor de referencia aceptado con el nivel de los resultados dados por el método de medición. La veracidad se suele expresar en términos cuantitativos como “sesgo”; cuanto menor es el sesgo, mayor es la veracidad.

3.4.2.2.1.1.1 Recuperación y sesgo.

⁵⁷ AEFI. Op. Cit. p. 86.

⁵⁸ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Exactitud (veracidad y precisión) de Métodos de medición y resultados. N° 3529. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

⁵⁹ MAROTO, A. Incertidumbre en Métodos analíticos De rutina. Universidad Rovira i Virgili. Facultad de química. Tarragona. 2002. p. 59.

⁶⁰ INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results*, ISO Guide 5725-1, ISO, Geneva (1994)

Recuperación⁶¹: La *recuperación* se expresa en porcentaje de recuperación en la valoración de una concentración conocida de analito añadida sobre la muestra.

$$(R) = \frac{\bar{Y}_l}{\mu} * 100$$

Ec. 20

Para la determinación de la veracidad se aconseja la medición de materiales de referencia certificados o la comparación con un método validado de referencia. Sin embargo, en las condiciones actuales del LCCAPE no se puede contar con estos materiales, por lo que se siguió las directrices hechas por la IUPAC para este caso que consiste en la determinación de este criterio a través del método conocido como método de adición estándar o spiking y la veracidad se expresa en términos de sesgo.

Sesgo⁶²: Es la diferencia entre la expectativa de los resultados de ensayo y un valor de referencia aceptado. El *sesgo* es el error sistemático total en contraste con el error aleatorio. Es necesario evaluar dos tipos de sesgo: el sesgo proporcional (en términos de recuperación) y el sesgo constante. Se puede calcular el sesgo proporcional a partir del método de adiciones estándar. El sesgo constante debe calcularse mediante el método de Youden. A continuación se explica cómo calcular ambos sesgos.

3.4.2.2.1.1.2 Método del estándar interno para determinación de sesgo proporcional⁶³

Este método consiste en adicionar estándares de una cantidad conocida del analito del parámetro referenciado a una muestra de agua potable de rutina del LCCAPE. Se determina la concentración de cada una de las muestras adicionadas. Una vez que se ha obtenido la concentración de las muestras de rutina y las muestras adicionadas, puede obtenerse la recta de adiciones estándar al representar la respuesta instrumental obtenida frente a la cantidad de patrón añadido. La pendiente de la recta de adiciones estándar proporciona una estimación de la recuperación del método. Este procedimiento se realiza por triplicado con varias muestras de agua potable y se obtienen varias rectas de adición estándar. Se realiza un test *t-student* para evaluar si el método tiene un sesgo proporcional significativo. La recuperación no difiere significativamente de 1 si se cumple la siguiente inecuación:

$$|\bar{R} - 1| \leq t_{\frac{\alpha}{2}, n-2} \cdot S_b$$

Ec. 21

⁶¹EURACHEM, *Quantifying uncertainty in analytical measurement*. EURACHEM. Workshop, 2nd Edition, Helsinki, 1999. p. 7.

⁶²MAROTO, A. Op. Cit. p. 115.

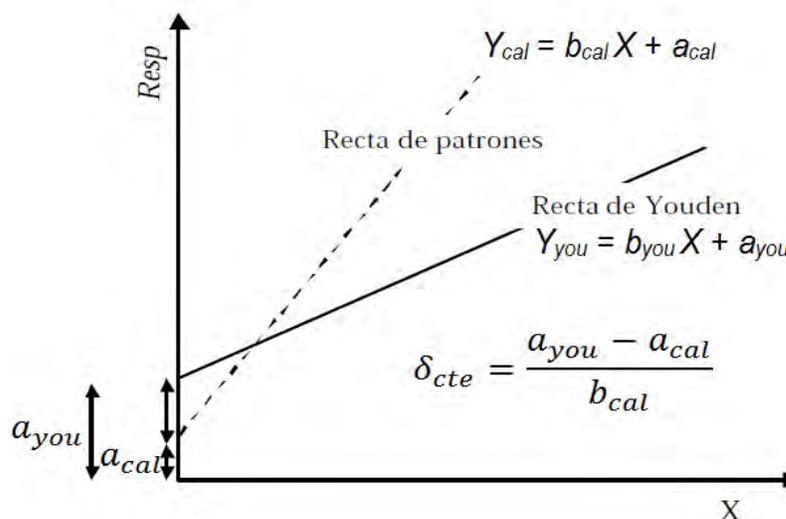
⁶³Ibid. p. 118.

Donde \bar{R} es el valor de la pendiente de la recta de adiciones, $t_{\frac{\alpha}{2}, n-2}$ es el valor de la función t en para un nivel de significancia $\frac{\alpha}{2}$ y $n - 2$ grados de libertad, y S_b es la desviación estándar de la pendiente. Este contraste debe realizarse para todas las rectas de adición obtenidas a lo largo del intervalo de trabajo para asegurar que durante todo el intervalo la recuperación es aceptable.

3.4.2.2.1.1.3 Método de Youden para determinación de sesgo constante⁶⁴:

Cuando las muestras adicionadas contienen una concentración inicial de analito, no se puede verificar la ausencia de sesgo constante a partir de los estudios de recuperación. Por tanto, es necesario utilizar el método de Youden para verificar la ausencia de sesgo constante. Este método consiste en analizar muestras de agua potable a las cuales se las ha adicionado una cantidad de analito patrón. Posteriormente, la recta de Youden puede obtenerse representando la concentración encontrada frente a la concentración esperada. La figura 1 muestra la relación entre la recta de calibrado y la recta de Youden.

Figura 1. Sesgo constante, δ_{cte} , a partir del método de Youden⁶⁵



El valor del sesgo constante también se debe contrastar con una prueba t .

$$|\delta_{cte}| \leq t_{\frac{\alpha}{2}, n} * U_{\delta_{cte}}$$

Ec. 22

⁶⁴ CARDONE, M, J. New Technique in chemical assay calculations: A survey of calculational practices on a model problem. *Analytical Chemistry*, 58 (1989) 433-438

⁶⁵ MAROTO, A. Op. Cit. 226

$$U_{\delta_{cte}} = \frac{1}{b} \sqrt{S_{TYB}^2 + S_{SB}^2 + \delta_{cte} \cdot S_b^2 - 2\delta_{cte} \cdot cov(SB, b)}$$

Ec. 23

Donde U es la incertidumbre asociada al sesgo constante, S_{TYB} es la desviación estándar de la ordenada en el origen de la recta de Youden, S_{SB} es la desviación estándar de la ordenada en el origen de la recta de patrones, S_b es la desviación estándar de la pendiente de la recta de patrones y $cov(b,a)$ es la covarianza entre la pendiente y la ordenada en el origen de la recta de patrones.

3.4.2.2.2 Precisión.

Es necesario considerar la variabilidad entre mediciones repetidas que se denomina precisión. La precisión, según la norma ISO 5725⁶⁶, es el grado de concordancia entre ensayos independientes obtenidos bajo unas condiciones estipuladas. Estas condiciones dependen de los factores que se varíen entre cada uno de los ensayos. Por ejemplo, algunos de los factores que se pueden variar son: el laboratorio, el analista, el equipo, la calibración del equipo, los reactivos y el día en que se hace el ensayo. Dependiendo de los factores que se varíen, pueden obtenerse tres tipos de precisión: la reproducibilidad, la precisión intermedia y la repetibilidad.

En condiciones de repetibilidad, se considera que los factores no controlables, que afectan el ensayo (como el operador, el equipo, la calibración del equipo, el medio ambiente respecto a temperatura, humedad, contaminación del aire, etc.), son constantes en el tiempo transcurrido entre mediciones y no contribuyen a la variabilidad. En condiciones de reproducibilidad, dichas variables cambian y contribuyen a la variabilidad de los resultados del ensayo. Así pues, la repetibilidad y la reproducibilidad son los dos extremos de la precisión; el primero describe la mínima y el segundo la máxima variabilidad de los resultados. La precisión se suele expresar en términos de desviaciones estándar⁶⁷.

3.4.2.2.2.1 Repetibilidad⁶⁸:

Es la cercanía entre los resultados de mediciones sucesivas efectuadas en las mismas condiciones de medición de la misma magnitud a medir. Estas condiciones se llaman condiciones de repetibilidad. Se estudia al efectuar una serie de análisis sobre la muestra en las mismas condiciones operativas (por un mismo analista, con los mismos aparatos y reactivos, etc.) en un periodo corto de tiempo. La precisión en condiciones de repetibilidad, que describe las variaciones observadas durante un solo proceso analítico como una distribución normal con

⁶⁶INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, *Accuracy*.Ibid. p. 13.

⁶⁷MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. 849.

⁶⁸Ibid. p. 850.

una desviación estándar, S_r . El criterio de aceptación de la repetibilidad es el coeficiente de variación.

$$CV = \frac{S}{x} * 100 \quad \text{Ec. 24}$$

Donde S es la desviación estándar y x es la media aritmética entre los resultados.

Repetibilidad del sistema instrumental ($S_{r,inst}$)⁶⁹: Este parámetro estudia la variabilidad debida unicamente a la instrumentación analítica. Se determina analizando repetidamente un patrón de forma consecutiva 6 veces.

Repetibilidad del método ($S_{r,mét}$)⁷⁰: Se efectúa sobre una serie de alícuotas de una muestra de ensayo de agua potable homogenizada que se analiza independientemente desde el principio hasta el final bajo las mismas condiciones de operación.

Sin embargo, la variabilidad en condiciones de repetibilidad se debe a la repetibilidad instrumental y a la repetibilidad del método aplicado a muestras reales. Por lo que se estima esta condición globalmente a través de

$$S_r = \sqrt{S_{r,inst}^2 + S_{r,mét}^2} \quad \text{Ec. 25}$$

3.4.2.2.2 Precisión intermedia (S_i)⁷¹:

Estudia la variabilidad del método en el laboratorio con la ejecución de una serie de análisis sobre la misma muestra pero en condiciones operativas diferentes.

Debido a que en el LCCAPE puede variar el analista, en este trabajo las condiciones que se varían son el analista y los días de análisis, y en los métodos volumétricos se adiciona un factor, el cual es el instrumento. Se evalúa estos datos a través de un análisis de varianza cuyo valor F proporcionado se contrasta para establecer si la precisión varía en función de dichos factores y si la distribución de errores es normal.

Para calcular la precisión intermedia de los métodos analíticos, en este trabajo se analizó una muestra n veces variando entre cada ensayo todos los factores que afectaban los resultados y se usó un diseño anidado. La ventaja de estos diseños

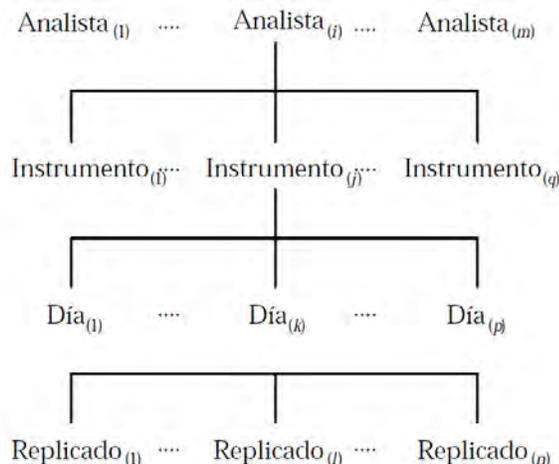
⁶⁹ AEFI. Op. Cit. p. 70.

⁷⁰ Ibid. 73.

⁷¹ INECC-CCA. Guía p (INECC-CCA. Guía para la implantación s.f.) ara la implantación, validación y verificación del desempeño continuo de un método analítico. México.(2010). p.27.

es que proporcionan una buena estimación de la precisión intermedia ya que los factores se varían de forma ordenada⁷².

Figura 2. Diseño anidado completo elegido para la determinación de la precisión intermedia de los métodos analíticos.



Se siguió el diseño de la Figura 2, en el cual, una muestra patrón homogénea y estable se analiza por m analistas. Cada analista analiza dicha muestra en q instrumentos diferentes. En cada uno de esos instrumentos, se analiza la muestra en p días diferentes y, en cada uno de esos días, deberían hacerse n replicados de la muestra.

Cuadro 4. ANOVA de cuatro factores para Precisión Intermedia

Fuente	Cuadrados medios	G.L.
Analista	$MS_{Analista} = \frac{q \cdot p \cdot n \sum_{i=1}^m (\bar{y}_i - \bar{y})^2}{m - 1}$	$m - 1$
Instrumento	$MS_{Analista} = \frac{p \cdot n \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^q (\bar{y}_{ij} - \bar{y})^2}{q - 1}$	$q - 1$
Día	$MS_{día} = \frac{n \cdot \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^q \sum_{k=1}^p (\bar{y}_{ijk} - \bar{y})^2}{p - 1}$	$p - 1$
Replica	$MS_{Ré} = \frac{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^q \sum_{k=1}^p \sum_{l=1}^n (\bar{y}_{ijkl} - \bar{y})^2}{m \cdot q \cdot p(n - 1)}$	$m \cdot q \cdot p(n - 1)$

A partir de lo anterior, se puede evaluar los resultados de la precisión intermedia a partir de un análisis de varianza ANOVA de 4 factores como el del cuadro 4, donde GL, son los grados de libertad; Y_{ijk} es la señal analítica obtenida por el

⁷²INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results, ISO Guide 5725-3, ISO, Geneva (1994).

analista i en el día j para la réplica k . Y_{ij} es el valor medio de todas las señales analíticas de las k réplicas Y_{ijk} obtenidos por el analista i en el día j . Y_i es el valor medio de las señales analíticas obtenidas por el analista i en el día j . Y_i corresponde al valor medio de los resultados obtenidos por los dos analistas.

El modelo de los resultados de las señales analíticas obtenidas a partir de este diseño pueden concebirse como:

$$Y = \mu + \delta_{m\acute{e}t} + E_A + E_{instrumento} + E_{d\acute{a}a} + E_{r\acute{e}plica}$$

Ec. 26

Donde μ es el valor verdadero, $\delta_{m\acute{e}t}$ es el sesgo del método, E_A es un componente debido al analista, $E_{instrumento}$ es un componente debido al instrumento, $E_{d\acute{a}a}$ es un componente debido al día, $E_{r\acute{e}plica}$ es un componente debido a la réplica. Por tanto, la precisión intermedia es la siguiente:

$$s_{p.i.}^2 = s_A^2 + s_I^2 + s_D^2 + s_{r\acute{e}}^2$$

Ec. 27

Donde $s_{p.i.}^2$ es la varianza en condiciones de proceso a proceso analítico o precisión intermedia, s_A^2 es la varianza debido al analista.

El factor s_I^2 es la varianza debido al instrumento y s_D^2 es la varianza debido al día y $s_{r\acute{e}}^2$ es la varianza debido a las réplicas⁷³.

Los valores de estas varianzas se obtienen a partir del análisis de la varianza ANOVA de los resultados obtenidos a través del diseño anidado de la figura 2.

Estas varianzas se relacionan a continuación:

Cuadro 5. Fuentes de variación de la precisión intermedia

Varianza	Expresión
Repetibilidad, s_{re}^2	$MS_{r\acute{e}}$
Entre días, s_D^2	$MS_{D\acute{a}a}$
Entre instrumentos, s_I^2	$MS_{Instrumento}$
Entre analistas, s_A^2	$MS_{analista}$

Este procedimiento de análisis se aplica a mediciones de muestras de ensayo de agua potable obtenidas en distintos puntos de la red de distribución.

3.4.2.2.2.1 Cálculo de la precisión global.

⁷³EURACHEM, Quantifying uncertainty in analytical measurements, EURACHEM. UK, (1995)

Habitualmente, los resultados analíticos individuales se ven afectados por ambos tipos de variabilidad, por tanto la precisión combinada o total es⁷⁴

$$S = \sqrt{\frac{S_r^2}{n} + S_{p,i}^2}$$

Ec. 28

Donde n es el número de resultados repetidos promediados.

3.4.2.3 Incertidumbre.

La nueva norma ISO/IEC 17025 subraya la necesidad de estimar la incertidumbre de ensayo. La guía ISO 3534-1⁷⁵, define incertidumbre como “una estimación unida al resultado de un ensayo que caracteriza el intervalo de valores dentro de los cuales se afirma que está el valor verdadero”. Esta definición tiene poca aplicación práctica ya que el “valor verdadero” no puede conocerse. Por tanto, se puede definir la incertidumbre como un parámetro, asociado al resultado de una medida, que caracteriza el intervalo de valores que puede ser razonablemente atribuido a una medición⁷⁶.

Existen distintos tipos de evaluación de la incertidumbre asociada a un resultado de un método de ensayo. Las dos más comunes son de tipo A y de tipo B. Las de tipo A se basan en mediciones repetidas y en la información obtenida en el proceso de validación. La evaluación tipo B requiere el uso de valores externos para el cálculo de la incertidumbre⁷⁷. En este trabajo se evaluó la incertidumbre asociada a cada método con la evaluación tipo A

Para la determinación de la incertidumbre asociada a un resultado ofrecido por los métodos, se siguen los principios establecidos basados en la “ley de propagación de la incertidumbre”⁷⁸. La ecuación que se puede utilizar directamente para estimar la incertidumbre de la medición, es:

$$u[Y(x_1, x_2, x_3, \dots)] = \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i^2 u(x_i)^2}$$

⁷⁴Magnusson, B., Näykki, T., Hovind, H., Krysell M. Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories. Tech. 2003.

⁷⁵INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Statistics, Vocabulary and symbols. ISO 3534-1. ISO. Geneva (1993)

⁷⁶MAROTO, A. Op. Cit. p. 105.

⁷⁷INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Statistics, Vocabulary and symbols. ISO 3534-1. ISO. Geneva (1993)

⁷⁸EURACHEM/CITAC. Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. 3ª Ed. S L R Ellison. 2011. p. 7.

Donde Y es la función de incertidumbre de variables independientes y u_x son incertidumbres típicas. Dado que $u[Y(x_1, x_2, x_3, \dots)]$ es una función de varias estimaciones de incertidumbres independientes, se conoce como incertidumbre típica combinada.

Para ello se siguió el procedimiento referenciado en la *Guía para la cuantificación de la incertidumbre en mediciones analíticas* de EURACHEM⁷⁹. Para ello se expresa la repetibilidad y precisión intermedia en términos de desviación estándar y se usa el valor del sesgo constante obtenido en la validación. La expresión que se utiliza para el cálculo de la incertidumbre del método es la ecuación 29 y posteriormente se la multiplica por un factor de cobertura de 2 (Ec. 30) para obtener un valor de incertidumbre total.

$$U_c = \sqrt{S_p^2 + \delta_{cte}^2 + u_{s.cte}^2} \quad \text{Ec. 29}$$

$$U = 2U_c \quad \text{Ec. 30}$$

Donde S_p^2 es la precisión global del método, δ_{cte}^2 es el sesgo constante y $u_{s.cte}^2$ es la incertidumbre asociada al sesgo constante. U_c se denomina Incertidumbre combinada. Obsérvese que dicha expresión evalúa la incertidumbre con los valores que representan la variación que afecta directamente la exactitud del método.

3.4.2.4 Control de calidad.

Es necesario comprobar si existen o no tendencias dependientes del tiempo en los resultados, asociadas a inevitables errores aleatorios para sustentar una consistencia elevada día a día. En este trabajo se utilizaron estándares internos de control de calidad que fueron introducidos al azar dentro de la secuencia de materiales analizados por el LCCAPE. La concentración conocida de estos estándares es el valor objetivo del análisis. EL laboratorio necesita ser capaz de detener y examinar el método si parece que está dando resultados erróneos. Los diagramas de Shewhart⁸⁰ evalúan dicha variabilidad del método. Para ello se utilizan las ecuaciones 31 y 32

$$\text{Limite de acción superior} = \bar{X} + \frac{3s}{\sqrt{n}} \quad \text{Ec. 31}$$

$$\text{Limite de acción inferior} = \bar{X} - \frac{3s}{\sqrt{n}} \quad \text{Ec. 32}$$

⁷⁹Ibid. p. 26.

⁸⁰ MILLER, James., MILLER, Jane. Op. Cit. p. 84.

Donde \bar{X} es el valor del parámetro fisicoquímico evaluado, s es la varianza del método, y n es el numero de patrones de control de calidad interno medidos. A partir de la determinación de señales analíticas para estándares de control interno evaluados durante el tiempo se obtiene estas cartas de control para las cuales se desarrolla un procedimiento de control de calidad que consiste en la evaluación de un control de calidad interno y la verificación de que su valor esta dentro de los límites establecidos y por tanto del control de la calidad del método.

3.5 COMPARACIONES INTER-LABORATORIO Y ENSAYOS DE COMPETENCIA

Las comparaciones inter-laboratorio (CILs) son una herramienta valiosa para el aseguramiento de la calidad en los resultados de mediciones en el laboratorio. Desde esta herramienta se puede monitorear directamente la comparabilidad de las mediciones y los resultados de los métodos analíticos.

Los ensayos de competencia (ECs) son comparaciones inter-laboratorio que son organizadas en base a unas condiciones establecidas. Los CILs y ECs son por lo tanto componentes importantes en cualquier sistema de gestión de calidad de un laboratorio⁸¹.

El reconocimiento de esta herramienta está ampliamente reconocida por cuerpos de acreditación nacional como el PICCAP – Programa Inter-laboratorio de Control de Calidad del Agua Potable⁸².

La participación en CILs y ECs es una buena posibilidad para que un laboratorio demuestre la competencia de sus mediciones. Estas comparaciones y ensayos de competencia pueden usarse a nivel interno o para acreditar la calidad del laboratorio.

3.5.1 Control de Calidad de Aguas Potables PICCAP.

Es un programa del Instituto Nacional de Salud que evalúa continuamente la calidad analítica de los diferentes laboratorios que realizan análisis físicos, químicos y microbiológicos en agua para consumo humano en el país a través de la medición de los resultados emitidos en ensayos de aptitud o comparaciones interlaboratorio, siguiendo lineamientos de la norma NTC-ISO/IEC 17043:2010.

⁸¹CZICHOS, H., SAITO, T., SMITH, L. Handbook of Metrology and Testing. 2^a edition. Springer. 2011. p. 86

⁸² COLOMBIA. INSTITUTO NACIONAL DE SALUD. Informe general de resultados ensayo de aptitud - PICCAP. BOGOTÁ D.C, 2015.

3.5.2 Evaluación del desempeño⁸³.

Existen dos parámetros para la evaluación de los resultados desarrollados en CILs y son el Z-score y el E_nnumber. El Z-score es comúnmente utilizado en todo el mundo en muchos sectores y es el usado por PICCAP, así que en este trabajo se evaluarán los métodos a partir de dicho parámetro. El PICCAP utiliza el Z-score. Este valor se calcula a partir de

$$Z = (X_1 - X) / s \quad \text{Ec. 33}$$

Donde X₁ es el resultado obtenido por el LCCAPE, X es el valor asignado para dicho parámetro fisicoquímico y s es denominada como desviación estándar robusta. El valor asignado y la desviación estándar robustas son calculadas previamente por el PICCAP.

La calificación de los resultados se realiza de la siguiente manera

Si $z < |2|$ el resultado es SATISFACTORIO
Si $|3| > z > |2|$ el resultado es CUESTIONABLE
Si $z > |3|$ el resultado es INSATISFACTORIO

Cuando un participante reporta un resultado que produzca un valor superior a **3,0** o inferior a **-3,0**, entonces se considerará que el resultado ofrece una “señal de acción” que requiere la implementación de acciones correctivas. De igual modo, se considerará que un valor z superior a **2,0** ó inferior a **-2,0** ofrece una “señal de advertencia”. Una única señal de acción o señales de advertencia en dos rondas sucesivas se tomarán como evidencia de que ha ocurrido una anomalía que requiere investigación.

En este trabajo se participó de dicho programa para los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad total y dureza total.

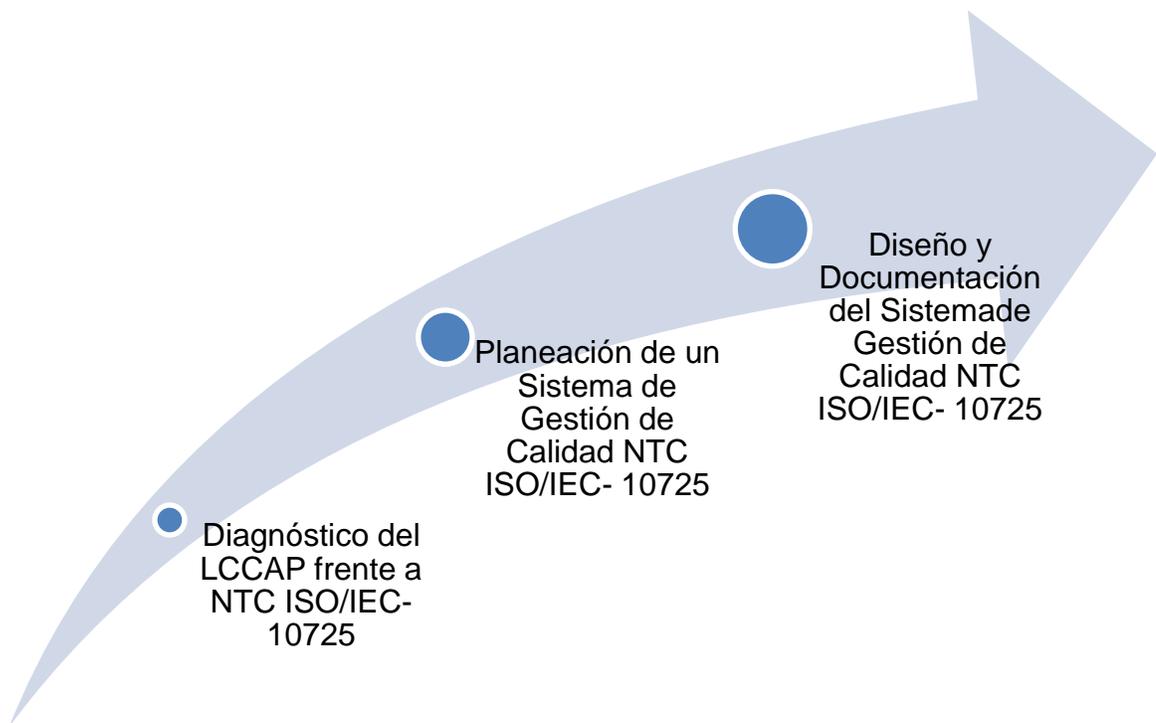
⁸³CZICHOS, H., SAITO, T., SMITH, L. Op. Cit. p. 92.

4 METODOLOGÍA

4.1 METODOLOGÍA DE DIAGNÓSTICO, PLANEACIÓN Y DISEÑO DE UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BAJO LA NTC-ISO/IEC 17025⁸⁴

Con el fin de desarrollar este proyecto de una manera ordenada, clara y concisa, se diseñó una metodología para la realización correcta de las actividades, de acuerdo a una secuencia de pasos coherentes que permitiesen el logro de cada uno de los objetivos, además de facilitar la implementación del sistema de gestión de calidad, bajo la NTC-ISO/IEC 17025 en el LCCAPE.

Figura 3. Diseño metodológico para el diseño del sistema de gestión de calidad para el LCCAPE



⁸⁴ GAJÓN, M. Sistema de Gestión de Calidad para el Laboratorio Clínico de Urgencias del Hospital "Dr. Rafael Lucio". Universidad Veracruzana. Xalapa. 2008.

4.1.1 Diagnóstico de LCCAPE frente a NTC ISO/IEC – 17025.

El diagnóstico se realizó en las siguientes etapas:

Investigación y diagnóstico: En esta etapa se realizó una evaluación y revisión de la documentación del laboratorio, con el propósito de recopilar información necesaria para determinar el estado real del laboratorio con respecto a los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025.

Elaboración lista de chequeo: Se realizó un estudio comparativo de la norma con el fin de tener un previo conocimiento e interpretación de los requisitos; luego se diseñó y se aplicó una lista de chequeo basada en los requerimientos de la norma NTC - ISO/IEC 17025.

Resultados del diagnóstico: De 120 requisitos en la lista de chequeo, 59 son de requisitos de gestión, 58 de requisitos técnicos. Según el cumplimiento de estos requisitos se concluye el diagnóstico y se dispone a planear el sistema de gestión de calidad.

4.1.2 Planeación de un sistema de gestión de calidad NTC ISO/IEC- 10725.

Se estructuró un documento llamado “Plan de acción” a fin de desarrollar de una manera secuencial y ordenada las actividades para dar cumplimiento a los objetivos enmarcados en el presente proyecto, para lo cual se debió consignar en el documento lo siguiente:

- Fuente de incumplimiento del requisito
- Actividades a desarrollar para cumplir el requisito.
- Responsables y la fecha para su cumplimiento.
- Socialización con todo el personal del Laboratorio

4.1.3 Diseño y documentación del sistema de gestión de calidad NTC ISO/IEC-17025.

Con base en el plan de acción se dio paso a la fase de diseño y documentación. El SGC 17025 de LCCAPE se conforma para los análisis de los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza. A través de la construcción del Manual de calidad de LCCAPE referente a políticas, objetivos, calidad, procedimientos, instructivos, registros, formatos, entre otros, se logra la documentación del SGC. Dicho manual de calidad consta de dos partes: un manual de gestión y un manual técnico.

4.2 METODOLOGÍA DE VALIDACIÓN INTERNA DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS ELEGIDOS

Los muestreos para cada uno de los métodos analíticos se realizaron bajo las indicaciones de la resolución 2115 del 2007⁸⁵ y de lo establecido por el Manual de métodos normalizados para el análisis de agua potable y residual publicado por laAPHA, AWWA y WEF⁸⁶.

Los criterios de validación que se evaluaron para los métodos analíticos son: Linealidad, efecto de la matriz, límite de detección, sesgo proporcional, sesgo constante, repetibilidad instrumental, repetibilidad del método, precisión intermedia, cartas de control.

4.2.1 Validación interna de Método nefelométrico (S. M. - 2130B)⁸⁷.

4.2.1.1 Procedimiento de medición de turbidez.

4.2.1.1.1 Muestreo.

La recolección de muestras se realizó en un punto de la red de distribución. Se recolectó agua potable en envases de plástico de 1L. La muestra se refrigeró y mantuvo a 4° C para minimizar la descomposición microbológica de los sólidos. Rápidamente se trasladó al LCCAPE para los análisis de validación.

4.2.1.1.2 Procedimiento de medición.

Antes de realizar este procedimiento, las muestras se agitaron suavemente para asegurar una medición representativa⁸⁸.

- Se miden 15 mL de muestra de agua potable
- Se disponen en una cubeta de muestra hasta la línea y se tapa la cubeta.
- La cubeta se coloca en el turbidímetro HACH 2100q

⁸⁵ COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115. (22, junio, 2007).Op. Cit. p. 12.

⁸⁶ RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, L.S. Op. Cit. 145.

⁸⁷Ibid. p. 156.

⁸⁸ HACH. Turbidímetro portátil. Manual del instrumento Modelo 2100P. N° CATÁLOGO 46500-93. 2014.

- Se pulsa el botón ENCENDIDO para encender el medidor. Se introduce la cubeta suavemente y se coloca la tapa.
- Se pulsa “Medición”. La pantalla muestra “Estabilizando” y luego la turbidez en UNT.

Este procedimiento se realizó para todas las mediciones de la validación interna.

4.2.1.1.3 Ensayos preliminares⁸⁹.

Agua libre de turbidez: Se utilizó agua destilada tipo I, la cual presentó una turbidez de 0,2 UNT. Esta agua según HACH⁹⁰ es idónea para la preparación de patrones de formacina.

Suspensión estándar Stock Primario de Formacina: Solución I: Se disolvió 1,000 g de sulfato de hidracina, $(\text{NH}_2)_2\text{H}_2\text{SO}_4$, en agua libre de turbidez y se aforó en un matraz tipo A de 100 mL. *Solución II:* Se disolvió 10,00 g de hexametilentetramina, $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$, en agua libre de turbidez y se aforó en un matraz tipo A de 100 mL.

Suspensión 4000 UNT: En un balón aforado tipo A de 100 mL se mezclaron 50 mL de solución I y 50 mL de solución II. Se dejó reposar por 24 horas. La solución resultante (4000 UNT) se transfirió a un frasco de ámbar para almacenamiento. Esta suspensión stock es estable aproximadamente un año si se le dan las condiciones de almacenamiento adecuados.

Suspensión diluida de turbidez de 10 UNT: Con una pipeta de 5 mL tipo A, se midió 1,25 mL de *Solución 4000 UNT* y se dispusieron en un matraz aforado tipo A de 500 mL y se aforó con agua libre de turbidez.

4.2.1.2 Plan de validación.

4.2.1.2.1 Linealidad y rango.

Calibración⁹¹: La resolución 2115 del 2007⁹² establece que la turbidez del agua potable debe ser menor o igual a 2,00 UNT. El intervalo de validación fue de 0,50 a 3,00 UNT (25 al 150 % del valor nominal). Se prepararon suspensiones estándar en valores de turbidez de 0,50, 1,00, 1,50, 2,00, 2,50 y 3,00 UNT a partir de una

⁸⁹ RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, Op. Cit. 159.

⁹⁰ HACH, C.C., VANOUS, R.D., HEER, J.M. Understanding Turbidity Measurement. Hach Co. Booklet 11 (1985).

⁹¹ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. p. 846.

⁹² COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115. p. 22.

suspensión estándar diluida de 10 UNT y un blanco de 0,20 UNT. Se realizó 5 determinaciones de cada patrón y 10 lecturas nefelométricas por cada determinación.

Efecto general de la matriz⁹³: Se prepararon suspensiones a concentraciones de 0,50, 1,00, 1,50, 2,00, 2,50 y 3,00 UNT a partir de una muestra real de agua potable de empoobando, un patrón de 10 UNT y un blanco de 0,20 UNT. Se usaron tres muestras reales de agua potable de 1,21, 2,40 y 4,2 UNT. Se realizaron 5 mediciones de cada solución. En cada medición se realizaron 10 lecturas nefelométricas por cada determinación.

Límite de detección⁹⁴: Se prepararon 6 patrones a una concentración de 0,50 UNT a partir de una solución patrón de 10 UNT y un blanco de 0,20 UNT. Se realizó 5 determinaciones de cada solución y 3 lecturas nefelométricas por cada determinación.

4.2.1.2.2 Exactitud.

Veracidad⁹⁵: Se realizó el procedimiento de adición estándar con muestras reales de agua potable de 0,51, 0,97, 1,61, 2,39 y 2,62 UNT. Las adiciones de estándar consistieron en agregar volúmenes de 5, 7,5 y 10 mL de una suspensión estándar de 10 UNT a cada muestra. Este procedimiento se realizó pro triplicado.

Precisión⁹⁶:

Repetibilidad Instrumental: Se prepararon 6 patrones en concentraciones de 2,00 UNT a partir de una solución patrón de 10 UNT y un blanco de 0,20 UNT. Se realizó 5 determinaciones de cada solución y 3 lecturas nefelométricas por cada determinación.

Repetibilidad del método: Se analizaron muestras reales de agua potable 0,93, 1,81 y 3,20 UNT. Se realizaron tres mediciones a lo largo de un día en condiciones de repetibilidad. Se realizaron 5 determinaciones de cada solución y 3 lecturas nefelométricas por cada determinación.

Precisión Intermedia⁹⁷: Debido a que en el LCCAPE puede variar el analista, en este método las condiciones que se varían son el analista, y los días de análisis.

⁹³ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. 847

⁹⁴ AEFI. Op. Cit. p. 86

⁹⁵ MAROTO, A. Op. Cit. p. 118.

⁹⁶ AEFI. Op. Cit. p. 70

⁹⁷ MAROTO, A. Op. Cit. p. 189

Para este caso se analizó una muestra real. Se realizaron 5 determinaciones de cada solución y 3 lecturas nefelométricas por cada determinación.

4.2.1.2.3 Control de calidad.

Según Miller Jane y Miller James⁹⁸, se sugiere la obtención de mínimo 25 datos sobre patrones de control de calidad para la construcción de las cartas de control. Para evaluar la calidad del método analítico se preparó un patrón de Control de Calidad Interno de 2,00 UNT y se midió su turbidez con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realizó dos veces durante 20 días.

4.2.2 Validación del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P

4.2.2.1 Procedimiento de medición de cloro residual.

4.2.2.1.1 Muestreo⁹⁹.

El cloro en solución acuosa no es estable y decrece rápido particularmente en soluciones de baja concentración. La exposición a la luz solar u otro tipo de luz y la agitación pueden producir una disminución en el cloro residual. Por tanto, el análisis de estas muestras se realizó inmediatamente después del muestreo. El muestreo fue llevado a cabo en la cajilla de inspección de calidad de agua que consiste en una cámara de cemento que guarda un grifo conectado directamente a los tanques de almacenamiento

4.2.2.1.2 Procedimiento de medición¹⁰⁰.

- Se midieron 10 mL de muestra y se dispusieron en un tubo de ensayo.
- Se añadieron 85 mg de sulfato de N,N -dipropil-p-fenilendiamina (en adelante se la abreviará como DFD).
- Se agitó durante un minuto.
- Se trasvasaron a una celda de 1 cm del fotómetro Spectroquant NOVA 60. Se midió la absorbancia de la solución a 550 nm.

⁹⁸ MILLER, James., MILLER , Jane. Op. Cit. p. 86.

⁹⁹ RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, Op. Cit. p. 656.

¹⁰⁰ Ibid. p. 676

Este procedimiento se realizó para todas las mediciones de la validación interna.

4.2.2.1.3 Ensayos preliminares¹⁰¹.

Agua libre de cloro residual: Se preparó todos los valorantes y soluciones estandarizadas para el proceso de validación con agua destilada o desionizada llevada a ebullición por quince minutos y enfriada a temperatura ambiente.

Se necesita preparar soluciones de concentración conocida de hipoclorito de calcio. Según el Manual de métodos normalizados para análisis de aguas¹⁰², dichas soluciones se deben valorar con una solución valorada de tiosulfato de sodio que ha sido estandarizado con una solución estándar de dicromato de potasio (0,025N)

Solución estándar de dicromato de potasio (0,025N): Se pesó 0,307 g de $K_2Cr_2O_7 \cdot 5H_2O$ y diluyó a 250 mL con agua libre de cloro residual.

Solución estándar secundario de tiosulfato de sodio (0,01N): Se disolvió 0,620 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ y diluyó a 250 mL con agua libre de cloro residual. Se estandarizó esta solución con la solución (0,025N) de dicromato de potasio.

Solución stock de Hipoclorito de sodio (100 ppm): Medir 0,100 g de hipoclorito de sodio y agregarlos a un balón aforado de 1L. Agregar 50 mL de agua libre de cloro residual y disolver. Aforar con agua libre de cloro residual.

Solución estándar de Hipoclorito de sodio (10 ppm): Medir 50mL de solución patrón de Hipoclorito de sodio (100 ppm) y agregarlos a un balón aforado de 500mL. Aforar con agua libre de cloro residual. Se estandariza con tiosulfato de sodio (0,01N).

4.2.2.2 Plan de validación.

4.2.2.2.1 Linealidad y rango.

Calibración¹⁰³: La resolución 2115 del 2007¹⁰⁴ establece que en muestras de agua potable el cloro residual debe tener concentraciones entre 0,3 y 2,0 ppm de Cl_2 . El intervalo de validación fue de 0 a 4 ppm (0 al 200 % del valor nominal). Se

¹⁰¹ Ibid. p. 675.

¹⁰²

¹⁰³ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. p. 846

¹⁰⁴ COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115. p. 22.

prepararon soluciones en concentraciones de 0,00, 0,27, 0,54, 1,29, 2,16, 3,02, 4,02 ppm de Cl₂ a partir de una solución valorada de 10,80 ppm de Cl₂ y un blanco de 0 ppm de Cl₂. Se realizó 5 determinaciones de cada patrón y 5 lecturas fotométricas.

Efecto general de la matriz¹⁰⁵: Se prepararon soluciones a concentraciones de 0,20, 0,50, 1,20, 2,00, 3,00, 4,00 ppm de Cl₂ a partir de una muestra real de agua potable de empoobando, una solución valorada de 10,14 ppm de Cl₂ y un blanco de 0 ppm de Cl₂. Se usaron tres muestras reales de agua potable de 0,24, 1,93 y 3,27 ppm de Cl₂, para obtener tres rectas de calibrado en uso de muestras reales. Se realizó 5 determinaciones de cada solución y 5 lecturas fotométricas por cada determinación.

Límite de detección¹⁰⁶: Se prepararon 6 patrones a una concentración de 0 ppm de Cl₂. Se realizó 2 determinaciones de cada solución y 3 lecturas fotométricas por cada determinación.

4.2.2.2 Exactitud

Veracidad¹⁰⁷: Se realizó el procedimiento de adición estándar con muestras reales de agua potable de 0,18, 0,62, 1,05, 1,46, 1,91, 2,32, 2,73 ppm de Cl₂. Las adiciones consistieron en agregar volúmenes de 2,5, 5 y 7,5 mL de una solución valorada de 10,72 ppm de Cl₂ para cada muestra. Este procedimiento se llevó a cabo por triplicado en cada muestra.

Precisión¹⁰⁸

Repetibilidad Instrumental: Se prepararon 6 soluciones valoradas a una concentración de 2,00 ppm de Cl₂. Se realizó 2 determinaciones de cada solución y 3 lecturas fotométricas por cada determinación.

Repetibilidad del método: Se analizaron muestras reales de agua potable 0,20, 1,88, 3,66 ppm de Cl₂. La medición se realizó por triplicado en condiciones de repetibilidad. Se realizó 2 determinaciones de cada solución y 3 lecturas fotométricas por cada determinación.

Precisión Intermedia¹⁰⁹: En este método las condiciones que se varían son el analista y los días de análisis. Para este caso se utilizó una muestra real. Se

¹⁰⁵ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. p. 847.

¹⁰⁶ AEFI. Op. Cit. p. 86.

¹⁰⁷ MAROTO, A. Op. Cit. p. 118.

¹⁰⁸ AEFI. Op. Cit. p. 70.

¹⁰⁹ MAROTO, A. Op. Cit. p. 189.

realizó 2 determinaciones de cada solución y 3 lecturas fotométricas por cada determinación.

4.2.2.2.3 Control de calidad

Según Miller Jane y Miller James¹¹⁰, se sugiere la obtención de mínimo 25 datos sobre patrones de control de calidad para la construcción de las cartas de control. Para evaluar la calidad del método analítico se preparó un patrón llamado Control de Calidad Interno de 2,00 ppm de Cl₂ y se midió su concentración con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realizó tres veces durante 10 días.

4.2.3 Validación del Método Volumétrico o de Titulación (S. M. - 2320 B) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P.

4.2.3.1 Procedimiento de medición de alcalinidad total

4.2.3.1.1 Muestreo¹¹¹.

La recolección de muestra se realizó en el punto de muestreo en la red de distribución. Se recolectó el agua potable en envases de plástico de 1L. La muestra se refrigeró y mantuvo a 4° C para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Rápidamente se trasladó al LCCAPE para los análisis de validación.

4.2.3.1.2 Procedimiento de medición¹¹².

Para este procedimiento, las muestras se llevaron a 25° C. Se agregó una gota de tiosulfato de sodio (0,1M) a las muestras que contenían cloro residual.

- Se miden 15 mL de muestra dentro de un erlenmeyer de 125 mL.
- Se añade 5 gotas (0,2 mL) de solución de verde de bromocresol-rojo de metilo
- Se titula con ácido clorhídrico estándar (0,02N) hasta que existan las características de haber llegado al punto final.

Este procedimiento de titulación se realizó para todas las mediciones de la validación interna.

¹¹⁰ MILLER, James., MILLER , Jane. Op. Cit. p. 86.

¹¹¹ RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, Op. Cit. p. 190.

¹¹² Ibid. p. 193.

4.2.3.1.3 Ensayos preliminares¹¹³.

Agua libre de dióxido de carbono: Se preparó todos los valorantes y soluciones estandarizadas con agua destilada o desionizada que ha sido recientemente llevada a ebullición por quince minutos y enfriada a temperatura ambiente.

Solución carbonato de sodio (0,05N): Se pesaron 3 g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) estándar primario en una caja de Petri grande. Se calentó a 120°C por 2 h y enfrió en un desecador. Se pesaron por diferencia 2,650 g y se disolvieron en 100 mL de agua libre de dióxido de carbono. Se transfirió la solución a un balón aforado de 1L y se aforó con agua libre de dióxido de carbono. Dicha solución es estable por una semana, pero en ese proceso se manejó como margen de uso un tiempo de tres días.

Solución de ácido clorhídrico estándar, (0,1N): Se midió 4,00 mL de ácido clorhídrico (37%), se los dispuso en un balón aforado de 1L y aforó con agua libre de dióxido de carbono. Se estandarizó contra 20 mL de solución 0,05N de Na_2CO_3 , con fenolftaleina. Se calentó suavemente hasta ebullición de 3 a 5 minutos con tapa de vidrio de reloj (esto es para no permitir que el cambio de volumen debido a la evaporación sea nulo). Se enfrió a temperatura ambiente, se enjuagó el vidrio de reloj dentro del beaker y se finalizó la titulación para el punto de inflexión del pH evidenciado por verde de bromocresol.

Solución de ácido clorhídrico estándar, (0,02N): Se midió 200 mL de solución de ácido clorhídrico estándar (0,1N), se los dispuso en un balón aforado de 1L y aforó con agua libre de dióxido de carbono.

Se estandarizó contra 20 mL de solución 0,05N de Na_2CO_3 , con fenolftaleina. Se calentó suavemente hasta ebullición de 3 a 5 minutos con tapa de vidrio de reloj (esto es para no permitir que el cambio de volumen debido a la evaporación sea nulo). Se enfrió a temperatura ambiente, se enjuagó el vidrio de reloj dentro del beaker y se finalizó la titulación para el punto de inflexión del pH evidenciado por verde de bromocresol.

Solución indicadora Verde de Bromocresol – Rojo de Metilo: Se disolvieron 100 mg de verde de bromocresol sódico y 20 mg de rojo de metilo sódico en 100 mL de agua destilada.

Tiosulfato de sodio (0,1M): Se disolvió 0.620 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ grado reactivo y diluyó en 25 mL con agua libre de dióxido de carbono. Se aforó en un balón de 100 mL con agua libre de dióxido de carbono.

¹¹³Ibid. p. 192.

4.2.3.2 Plan de validación.

4.2.3.2.1 Linealidad y rango.

Calibración¹¹⁴: La resolución 2115 del 2007¹¹⁵ establece que en muestras de agua potable la alcalinidad debe ser menor a 200 ppm de CaCO₃. El intervalo de validación fue de 50 a 300 ppm (25 al 150 % del valor nominal). Se prepararon soluciones a concentraciones de 50, 100, 150, 200, 250 y 300 ppm de CaCO₃ a partir de una solución patrón de 2500 ppm de CaCO₃ y un blanco de 0 ppm de CaCO₃. Se realizó 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de ácido clorhídrico de concentración estandarizada 0,020 N.

Efecto de la matriz¹¹⁶: Se prepararon soluciones a concentraciones de 50, 100, 150, 200, 250 y 300 ppm de CaCO₃ a partir de una muestra real de agua potable de empoobando, un patrón de 2483 ppm de CaCO₃ y un blanco de 0 ppm de CaCO₃. Se seleccionaron tres muestras reales de agua potable, se determinó su alcalinidad a través del método de titulación con HCl en 96, 110 y 113 ppm de CaCO₃, para obtener tres rectas de calibrado en uso de muestras reales. Se realizó 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de ácido clorhídrico de concentración estandarizada 0,020 N.

Límite de detección¹¹⁷: Se prepararon 6 patrones a una concentración de 50 ppm de CaCO₃. Se realizó 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de ácido clorhídrico de concentración estandarizada 0,019 N.

4.2.3.2.2 Exactitud.

Veracidad¹¹⁸: Se realizó el procedimiento de adición estándar con muestras reales de agua potable de 97, 101 y 105 ppm de CaCO₃. Las adiciones consistieron en agregar volúmenes 4, 6 y 8 mL de patrón de 2521 ppm de CaCO₃ para cada muestra. Este procedimiento se llevó a cabo por triplicado en cada muestra.

Precisión¹¹⁹.

¹¹⁴ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. p. 846

¹¹⁵ COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115.Op. Cit. p. 22.

¹¹⁶ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. p. 847.

¹¹⁷ AEFI. Op. Cit. p. 86.

¹¹⁸ MAROTO, A. Op. Cit. p. 118

¹¹⁹ AEFI. Op. Cit. p. 70.

Repetibilidad Instrumental: Se prepararon 6 patrones a una concentración de 200 ppm de CaCO_3 . Se realizó 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de ácido clorhídrico de concentración estandarizada 0,018 N.

Repetibilidad del método: Se analizaron por triplicado muestras reales de agua potable 89, 103 y 111 ppm de CaCO_3 . La medición se realizó por triplicado en condiciones de repetibilidad. Se realizó 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de ácido clorhídrico de concentración estandarizada 0,018 N.

Precisión Intermedia¹²⁰: Debido a que en el LCCAPE para el presente método se puede variar el analista y el instrumento, los factores a variar son el analista, el instrumento y los días de análisis. Para este caso se utilizó una muestra real. Se realizó 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de ácido clorhídrico de concentración estandarizada 0,023 N.

4.2.3.2.3 Control de calidad.

Según Miller Jane y Miller James¹²¹, se sugiere la obtención de mínimo 25 datos sobre patrones de control de calidad para la construcción de las cartas de control. Para evaluar la calidad del método analítico se preparó un patrón llamado Control de Calidad Interno de 200 ppm de CaCO_3 y se midió su concentración con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realizó tres veces durante 10 días. Se realizaron 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de ácido clorhídrico de concentración estandarizada 0,018 N.

4.2.4 Validación del Método de Titulación con EDTA (S. M. - 2340 C) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P

4.2.4.1 Procedimiento de medición de dureza¹²²

4.2.4.1.1 Muestreo¹²³.

La recolección de muestra se realizó en el punto de muestreo en la red de distribución. Se recolectó el agua potable en envases de plástico de 1L. La muestra se refrigeró y mantuvo a 4° C para minimizar la descomposición

¹²⁰MAROTO, A. Op. Cit. p. 189.

¹²¹MILLER, James., MILLER, Jane. Op. Cit. p. 86.

¹²²RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, Op. Cit.

¹²³ibid. p. 209.

microbiológica de los sólidos. Rápidamente se trasladó al LCCAPE para los análisis de validación.

4.2.4.1.2 Procedimiento de medición de dureza¹²⁴.

La titulación se llevó a cabo dentro de los cinco minutos siguiente al agregado de la solución buffer. Este procedimiento de titulación se realizó para cada determinación de la validación.

4.2.4.1.3 Procedimiento de titulación.

- Se midieron 15 mL de muestra o patrón.
- Se agregó 1 o 2 mL de solución buffer pH =10.
- Se agregaron dos gotas de indicador negro de Eriocromo.
- Se agitó hasta lograr la homogeneidad del color en la solución.
- Se tituló lentamente con solución de EDTA (0,01M) bajo agitación continua hasta viraje del color de la solución de rosado a azul.

4.2.4.1.4 Ensayos preliminares¹²⁵.

Solución patrón de Carbonato de Calcio (1000 ppm) (mg de CaCO₃/L): Se pesó 1 g de Carbonato de Calcio (CaCO₃) estándar primario en una caja de Petri grande. Se calentó a 120° C por 2 h y enfrió en un desecador. Se pesó por diferencia 1,00 g de carbonato de calcio y se dispusieron en un erlenmeyer de 250 mL. Se adicionó ácido clorhídrico (1:1) hasta disolver el carbonato de calcio. Se adicionó 100 mL de agua destilada y se hirvió la solución durante tres minutos para eliminar dióxido de carbono. Se selló con papel aluminio la boca del erlenmeyer y se enfrió a temperatura ambiente. Se adicionó 5 gotas de indicador rojo de metilo. Se ajustó el pH de la solución hasta que el color naranja a través de goteo de hidróxido de sodio (30%). Se transfirió la solución a un balón aforado de 1L y se aforó con agua destilada.

Solución estándar titulante de ácido etilendiaminotetracético (AEDT) (0,01M): Se pesó 3,720 ± 0.005 g de sal disódica de ácido etilendiaminotetracético grado analítico y se disolvió en agua destilada. Se aforó a 1L. Se estandarizó contra carbonato de calcio.

Negro de Eriocromo T: Se pesó 0,5 g de sal sódica de Negro de Eriocromo T y se disuelve en 100 g de etanol.

¹²⁴Ibid. p. 214.

¹²⁵Ibid. p. 212.

Buffer pH=10: Se usó para este procedimiento una solución buffer comercial marca Mollabs Azul 500 mL.

4.2.4.2 Plan de validación.

4.2.4.2.1 Linealidad y rango.

Calibración¹²⁶: La resolución 2115 del 2007¹²⁷ establece que en muestras de agua potable la dureza debe ser menor a 300 ppm de CaCO₃. El intervalo de validación fue de 0 a 450 ppm (0 al 150 % del valor nominal). Se prepararon patrones a concentraciones de 75, 150, 225, 300, 375 y 450 ppm de CaCO₃ a partir de una solución patrón de 1000 ppm de CaCO₃ y un blanco de 0 ppm de CaCO₃. Se realizaron 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de EDTA de concentración estandarizada 0,010 N.

Efecto de la matriz¹²⁸: Se prepararon soluciones a concentraciones de 75, 150, 225, 300, 375 y 450 ppm de CaCO₃ a partir de una muestra real de agua potable de empoobando, un patrón de 1001 ppm de CaCO₃ y un blanco de 0 ppm de CaCO₃. Se seleccionaron tres muestras reales de agua potable, se determinó su dureza por medio del método de titulación con EDTA en 84, 116 y 184 ppm de CaCO₃. Se realizaron 5 determinaciones (titulaciones) de cada solución y para ello se utilizó una solución de EDTA de concentración estandarizada 0,014 N.

Límite de detección¹²⁹: Se prepararon 6 patrones a una concentración de 75 ppm de CaCO₃. Se realizaron 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de EDTA de concentración estandarizada 0,013 N.

4.2.4.2.2 Exactitud.

Veracidad¹³⁰: Se realizó el procedimiento de adición estándar con muestras reales de agua potable de 65, 111, 136, 179 y 205 ppm de CaCO₃. Las adiciones consistieron en la adición de 5, 10 y 15 mL de una solución patrón de 1000 ppm de CaCO₃ para cada muestra. Este procedimiento se llevó a cabo por triplicado en cada muestra. Se realizaron 5 determinaciones (titulaciones) de cada solución y para ello se utilizó una solución de EDTA de concentración estandarizada 0,011 N.

¹²⁶ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. p. 846

¹²⁷ COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115. p. 22.

¹²⁸ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. p. 847.

¹²⁹ AEFI. Op. Cit. p. 86.

¹³⁰ MAROTO, A. Op. Cit. p. 118.

Precisión¹³¹.

Repetibilidad Instrumental: Se prepararon 6 patrones a una concentración de 300 ppm de CaCO₃. Se realizaron 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de EDTA de concentración estandarizada 0,010 N.

Repetibilidad del método: Se analizaron por triplicado muestras reales de agua potable 79, 124 y 193 ppm de CaCO₃. La medición se realizó por triplicado en condiciones de repetibilidad. Se realizaron 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de EDTA de concentración estandarizada 0,010 N.

Precisión intermedia¹³²: En el LCCAPE, para este método, los factores que varían son el analista, el instrumento y los días de análisis. Para este caso se utilizó una muestra real. Se realizó 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de EDTA de concentración estandarizada 0,012 N.

4.2.4.2.3 Control de calidad.

Según Miller Jane y Miller James¹³³, se sugiere la obtención de mínimo 25 datos sobre patrones de control de calidad para la construcción de las cartas de control.

Para evaluar la calidad del método analítico se preparó un patrón llamado Control de Calidad Interno de 300 ppm de CaCO₃ y se midió su concentración con las especificaciones obtenidas a partir de la validación.

El procedimiento se realizó tres veces durante 10 días. . Se realizó 5 determinaciones (titulaciones) de cada patrón y para ello se utilizó una solución de EDTA de concentración estandarizada 0,011 N.

4.3 IMPLEMENTACIÓN UN SISTEMA DE VALIDACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS EN EL LABORATORIO A TRAVÉS DE PICCAP¹³⁴.

Se realizaron tres ensayos de competencia durante esta comparación inter-laboratorio. Por cada ensayo se recibió materiales de ensayo de la siguiente manera:

¹³¹ AEFI.Op. Cit. p.70.

¹³² MAROTO, A. Op. Cit. p. 189.

¹³³ MILLER, James., MILLER , Jane. Op. Cit. p. 86.

¹³⁴ COLOMBIA. INSTITUTO NACIONAL DE SALUD. Informe general de resultados ensayo de aptitud - PICCAP. BOGOTÁ D.C, 2015.

Cuadro 6. Materiales enviados en cada ensayo de competencia de PICCAP

Material de ensayo	Parámetro Fisicoquímico
Turbidez 1	Turbidez
Turbidez 2	Turbidez
Cloro 1	Cloro residual
Cloro 2	Cloro residual
Minerales 1 y 1,1	Alcalinidad y dureza
Minerales 2 y 2,2	Alcalinidad y dureza

Material de ensayo: El programa PICCAP asegura que el material de ensayo proporcionado para el ensayo de competencia es apropiado para el LCCAPE. Se tiene en cuenta que el programa es diseñado para laboratorios de control de calidad de agua potable. Dichos materiales corresponden y cubren los alcances del LCCAPE.

Preparación del material de ensayo por PICCAP: El Laboratorio Nacional de Referencia de la Dirección de Redes en Salud Pública del Instituto Nacional de Salud es el proveedor de programas de ensayos de aptitud bajo implementación de la norma técnica NTC-ISO/IEC 17043:2010. Por tanto es el responsable de preparar los materiales de ensayo y enviarlos a los distintos participantes de la comparación interlaboratorio.

El material de ensayo Fisicoquímico fue preparado por laboratorios PICCAP a partir de sustancias químicas, grado reactivo analítico (MRC-MR), en volúmenes de agua según material de ensayo a enviar. El material de ensayo es preparado en sus laboratorios con base en el manual de procedimiento y en todo el proceso, se lleva a cabo las buenas prácticas de laboratorio, almacenamiento y preservación del material en refrigeración hasta el envío. Se prepararon dichas muestras de ensayo tres veces.

Envío del material de ensayo por PICCAP: El material de ensayo es almacenado a temperatura de refrigeración hasta el envío, y considerando homogéneo para todos los analitos, fue despachado en las fechas publicadas a 345 laboratorios inscritos oficialmente para 2014. La distribución y entrega se realizó a todo el país por intermedio de empresa de mensajería Thomas Express. A lo largo de todo el año se realizaron tres entregas.

Realización de los ensayos por LCCAPE: Al recibir el material de ensayo se preservó inmediatamente a temperatura de 2 – 5°C. Antes de los análisis de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza fue necesario equilibrar las muestras a la temperatura de trabajo. Se abrió los frascos y se agitó muy bien para homogenizar y así obtener adecuadamente la porción de ensayo. Las siguientes

instrucciones fueron directrices del programa PICCAP¹³⁵. El LCCAPE se limitó a hacer los análisis de dichas muestras por los métodos analíticos del presente trabajo.

Turbidez: Se trasvasó el contenido del frasco Turbiedad 1 a un vaso de precipitado limpio y seco. Se midió 10 mL del concentrado y depositaron en un balón volumétrico de 1000 mL. Se completó a volumen con agua de la misma calidad y se realizó el análisis de turbidez de inmediato. De la misma forma se procedió con turbidez 2.

Cloro residual libre: Se midió exactamente 5 mL de Cloro 1 y se dispusieron en un balón volumétrico de 1000 mL. Se aforó con agua destilada. Se efectuó inmediatamente el análisis cloro en la muestra preparada. Se procedió de igual forma con el frasco Cloro 2.

Alcalinidad total y dureza total: En un balón volumétrico de 1000 mL se adicionó aproximadamente 900 mL de agua destilada desionizada (d.d). Con el material volumétrico adecuado, se agregó a éste balón 10 mL de la solución contenida en el frasco identificado como *Minerales 1* y 10 mL de la solución contenida en el frasco identificado como *Minerales 1.1*. Se mezcló suavemente, se completó a volumen con agua d.d y homogenizó por agitación. Para dicha solución Minerales 1 se determinó los parámetros de: dureza total alcalinidad total. De igual forma se procedió con los frascos identificados como Minerales (2 y 2.2).

4.4 METODOLOGÍA DE ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LAS VALIDACIONES

4.4.1 Linealidad y rango.

4.4.1.1 Calibración¹³⁶.

Los resultados experimentales de las calibraciones se analizaron de la siguiente manera:

Para verificar la ausencia de valores atípicos: Se aplicó la prueba de Grubbs¹³⁷ a los valores de señal analítica obtenidos para cada nivel de concentración. Se calculó las distancias de Cook¹³⁸ para cada valor de señal analítica a lo largo de toda la recta de calibrado.

¹³⁵ibid. p. 9.

¹³⁶ MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Op. Cit. p. 847

¹³⁷GRUBBS, F.E., BECK, G. Op. Cit. p. 847

¹³⁸ COOK, R.D. Op. Cit. p.15

Para verificar la normalidad: Se calculó los errores residuales de cada valor de señal analítica¹³⁹. Se construyó un histograma y una gráfica de probabilidad normal con dichos errores residuales¹⁴⁰. Se aplicó la prueba de Anderson Darling¹⁴¹ al conjunto de errores residuales. Se construyó una gráfica de errores residuales frente a los valores predictores, esto es, frente a los valores de concentración asignados a cada patrón de calibración¹⁴².

Para verificar la homocedasticidad: Se aplicó la prueba de Bartlett a los resultados obtenidos en la calibración.

Los análisis de regresión por el método de los mínimos cuadrados y ANOVA^{143,144} de factor fijo se aplicaron sobre los resultados de la calibración donde la variable dependiente Y es la señal analítica y la variable independiente o predictor fue la concentración de los patrones de calibración.

Se aplicó prueba t-student a cada uno de los parámetros del modelo obtenidos en la regresión por mínimos cuadrados (r, b y a)^{145, 146, 147}. Se aplicó la prueba de Cochran a partir del ANOVA con el estadístico F.

4.4.1.2 Efecto general de la matriz¹⁴⁸.

En este procedimiento se obtienen rectas de calibrado generadas a partir de soluciones preparadas con muestras reales de agua potable de EMPOOBANDO.

Cada una de esas rectas es analizada estadísticamente de la misma forma que se analiza la recta de calibrado con patrones de analito.

A partir del análisis de varianza de cada recta se obtiene la suma de cuadrados. Se aplica la prueba de Chow para ese conjunto de datos.

4.4.1.3 Límite de detección¹⁴⁹.

Se calcula la desviación estándar de las señales analíticas obtenidas y se multiplica por un factor de 3.

¹³⁹ CORDOVA., M. Op. Cit. 78.

¹⁴⁰ Ibid. p.87.

¹⁴¹ Muller, K.E., Peterson, B.L. Op. Cit. p. 143–158

¹⁴² Ibid. p. 81.

¹⁴³ MONTGOMERY, D., Op. Cit. p.77

¹⁴⁴ MILLER, James., MILLER, Jane. Op. Cit. p. 86.

¹⁴⁵ Ibid. p. 92

¹⁴⁶ Ibid. p. 119

¹⁴⁷ Ibid. p. 122.

¹⁴⁸ HOWARD, E. D. Op. Cit. 146

¹⁴⁹ AEFI. Op. Cit.

4.4.2 Exactitud.

4.4.2.1 Veracidad¹⁵⁰.

Para evaluar la veracidad se calculó el sesgo proporcional y el sesgo constante.

Sesgo proporcional: En este procedimiento se obtienen rectas de adición estándar por triplicado que relacionan la cantidad de analito adicionada con la señal analítica obtenida. Se hace un análisis de regresión para obtener la pendiente de cada recta de adición estándar. Se realiza una prueba t-student sobre el valor de esa pendiente.

Sesgo constante: A partir de las rectas de adición estándar obtenidas anteriormente se hace un análisis de regresión para obtener el valor de la ordenada en el origen. Dicho valor se le considera como la concentración esperada de la muestra real que se utilizó para la construcción de la recta de adición estándar. La muestra real se analiza directamente con el método analítico sometido a validación y se obtiene el valor de la concentración que se le denomina concentración encontrada. Se grafica la concentración esperada vs la concentración encontrada. Se hace un análisis de regresión y se obtiene un valor del intercepto que estima el sesgo constante del método analítico en validación.

4.4.2.2 Precisión¹⁵¹.

Repetibilidad Instrumental: Se calcula la desviación estándar de las señales analíticas obtenidas sobre el patrón a valor nominal. Se calcula el coeficiente de variación.

Repetibilidad del método: Se calcula la desviación estándar de las señales analíticas obtenidas sobre las muestras reales. Se calcula el coeficiente de variación.

Precisión Intermedia¹⁵²: Se hace un análisis de varianza multifactorial de las señales analíticas obtenidas bajo la variación de cada factor. Se obtiene los componentes de la precisión intermedia a partir de las sumas de cuadrados obtenidas para cada factor de variación utilizado. Se analiza dichos resultados con el estadístico F para cada factor de variación.

¹⁵⁰MAROTO, A. Op. Cit.

¹⁵¹AEFI.Op. Clt.

¹⁵²MAROTO, A. Op. Cit.

4.4.3 Control de calidad¹⁵³.

Se obtiene el valor de las señales analíticas obtenidas sobre el patrón de control de calidad interno. Se gráfica los valores de señal frente al orden de medición. Se establecen los límites de control de aviso y acción a partir de la desviación estándar proporcionada por la precisión del método analítico.

¹⁵³ MILLER, James., MILLER , Jane. Op. Cit. p. 86.

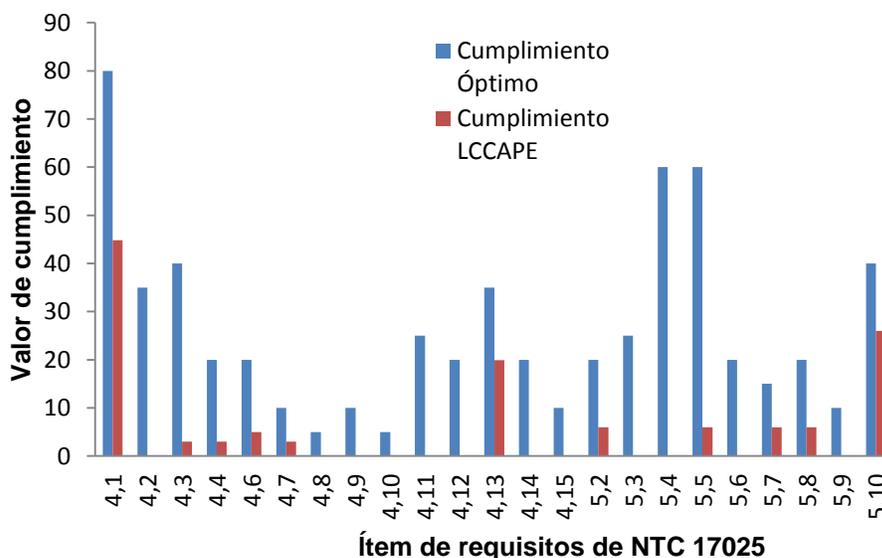
5 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 DIAGNÓSTICO, PLANEACIÓN Y DISEÑO DE UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BAJO LA NTC-ISO/IEC 17025

5.1.1 Diagnóstico de LCCAPE frente a NTC ISO/IEC – 17025.

Condiciones iniciales: Las condiciones iniciales del LCCAPE frente a la norma no eran adecuadas para el trabajo de un laboratorio: la infraestructura no era muy adecuada y necesitó una remodelación y el comportamiento del personal de la empresa ante los riesgos inherentes a un laboratorio no era el más prudente y necesario. El aseo y la gestión de espacio no eran adecuados. Los reactivos y materiales de ensayo estaban vencidos, en mal estado y se almacenaban de forma arbitraria y peligrosa. Los ensayos no estaban claramente definidos. Los equipos estaban expuestos a cargas o accidentes que podrían dejarlos fuera de funcionamiento. No había gestión de residuos. En general, el LCCAPE no tenía condiciones de gestión ni condiciones técnicas que pudiesen ser aceptables para un buen funcionamiento.

Gráfica 1. Diagnóstico de cumplimiento del LCCAPE frente a NTC 17025.



La gráfica 1 indica un bajo cumplimiento de los requisitos con respecto a la norma. La forma de cuantificar dicho cumplimiento se expone en el Anexo A. En general, se encontró que el grado de cumplimiento del LCCAPE frente a NTC-ISO/IEC 17025 es del 21%. En el caso de un cumplimiento total de la norma 17025, las barras rojas de la gráfica 1 deberían tener la misma altura que las barras azules. A partir de lo anterior, se concluyó que es muy urgente y necesaria, la elaboración y

ejecución de un plan de acción con el fin de diseñar, actualizar o mejorar procedimientos, instructivos, registros y demás para dar cumplimiento a los requisitos de la NTC 17025.

5.1.2 Planeación de un Sistema de Gestión de Calidad NTC ISO/IEC- 10725.

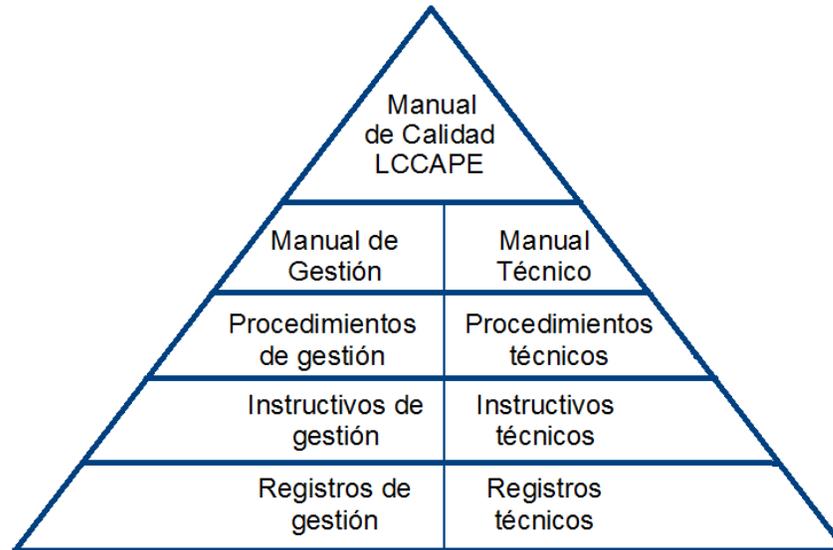
Se estructuró el plan de acción a fin de desarrollar de una manera secuencial y ordenada las actividades para dar cumplimiento a la norma. Para ello se especificó la actividad a realizar, fecha de cumplimiento y responsable. Este plan de acción es bastante extenso y se encuentra documentado por el Anexo B. Con la elaboración de dicho documento se cumple con el objetivo de planear un sistema de gestión de calidad y por ende, se puede en base a dicha información, crear un Manual de calidad del LCCAPE.

5.1.3 Diseño y documentación del sistema de gestión de calidad NTC ISO/IEC- 10725.

Se debe destacar que las *condiciones iniciales* en las que se encontró el laboratorio fueron mejoradas a través de la ejecución de este trabajo. Se asearon las instalaciones, se clasificaron los materiales encontrados. Se obtuvieron reactivos, materiales y equipos idóneos para el desarrollo de los métodos en cuestión. Se realizaron mejoras a la infraestructura del laboratorio, esto es que se colocó un cielo raso, se arreglaron goteras, se protegió de la humedad a las instalaciones, se restringió el acceso a personal autorizado. Se administró el espacio para los análisis fisicoquímicos y microbiológicos de mejor manera. Se creó una sección de almacenamiento de reactivos en la cual se aplicó una matriz de compatibilidad para almacenamiento de reactivos de forma adecuada. También se capacitó al personal en la manipulación de los ensayos, de los resultados obtenidos y de la calidad de los mismos. Todas estas acciones realizadas bajo continua retroalimentación con la dirección del LCCAPE contribuyeron a la elaboración del manual de calidad y fueron elementales en la parte inicial de instauración del SGC.

Se diseñó un Manual de la calidad para la misión y objetivos del LCCAPE bajo las directrices de la norma internacional ISO/ IEC 17025 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración". LCCAPE es parte de una organización mayor EMPOOBANDO E.S.P. y por tanto, este manual conforma un subsistema que funciona conforme a las directrices generales ISO 9001. El sistema de gestión de la calidad definido en este manual incluye la gestión de la calidad referente a personal, instalaciones y condiciones ambientales, métodos de ensayo, validación de los métodos, equipos, trazabilidad de las mediciones, muestreo y manipulación de los ítems de ensayo dentro y solo dentro del LCCAPE. Este sistema no comprende acciones realizadas fuera de sus instalaciones permanentes o en instalaciones temporales o móviles asociadas. La estructura documental del presente SGC es la siguiente

Figura 4. Estructura del Manual de Calidad LCCAPE



El manual anteriormente descrito es también bastante extenso y se lo presenta en el Anexo C. Con la elaboración de este manual de calidad de LCCAPE, se cumple con el primer objetivo del presente trabajo de grado el cual era diagnosticar, planear, diseñar y documentar un SGC bajo cumplimiento de la NTC 17025 para que el LCCAPE lo implemente, mantenga y mejore.

Socialización y retroalimentación de resultados: Se realizó una reunión con la dirección del LCCAPE en que se socializó el diseño del SGC. El diseño es el resultado de una continua retroalimentación con el personal del LCCAPE. En dicha socialización se concertaron los aspectos clave del manual de calidad realizado y se capacitó al personal para su manejo y conocimiento de las acciones correctivas y de mejora que se deben aplicar para la buena competencia del LCCAPE.

5.2 VALIDACIÓN INTERNA DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS ELEGIDOS PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE TURBIDEZ, CLORO RESIDUAL, ALCALINIDAD Y DUREZA EN EL LCCAPE.

Presentar los resultados experimentales de las validaciones resulta inoportuno y sin ningún objetivo analítico y por eso dichos datos se consignan en el anexo D. En esta sección se presentarán los resultados estadísticos obtenidos a partir de los resultados experimentales y sobre ellos se construye la discusión.

El análisis de los métodos de validación comprende cuatro partes. La primera es el análisis de la linealidad y el rango del método analítico a partir de los criterios de

desempeño de la calibración, el efecto general de la matriz, la determinación del procedimiento de operación estándar del método y el límite de detección. La segunda corresponde al análisis de la exactitud del método con respecto a la veracidad y la precisión global a partir de los criterios de desempeño de la repetibilidad y la precisión intermedia. La tercera es la determinación de la incertidumbre de los resultados proporcionados por el método analítico aplicado a muestras de agua potable. La cuarta es el análisis de los diagramas de Shewart de rangos obtenidos experimentalmente para los métodos en cuestión.

5.2.1 Validación del método nefelométrico para el análisis de agua potable en LCCAPE.

5.2.1.1 Linealidad y Rango.

5.2.1.1.1 Calibración.

En esta sección se analiza los resultados obtenidos en la calibración expuestos en el anexo D.

5.2.1.1.1.1 Verificación del modelo de regresión.

La verificación comprende la identificación de valores atípicos, la evaluación de la normalidad de los residuales y la homocedasticidad del método.

Tabla 1. Verificación del modelo de regresión del método nefelométrico

Tipo de verificación	Estadístico	Valor experimental	Valor crítico
Identificación de valores atípicos	Grubbs ^a	2,55	3,14
	Distancias de Cook	0,03	1,00
Normalidad	AD	0,259	0,751
Homocedasticidad	Bartlett	7,35	11,07

^aGrubbs: Se determinó el valor del estadístico de Grubbs para el conjunto de valores de señal analítica correspondiente a cada nivel de concentración. En esta tabla se presenta el mayor valor de Grubbs.

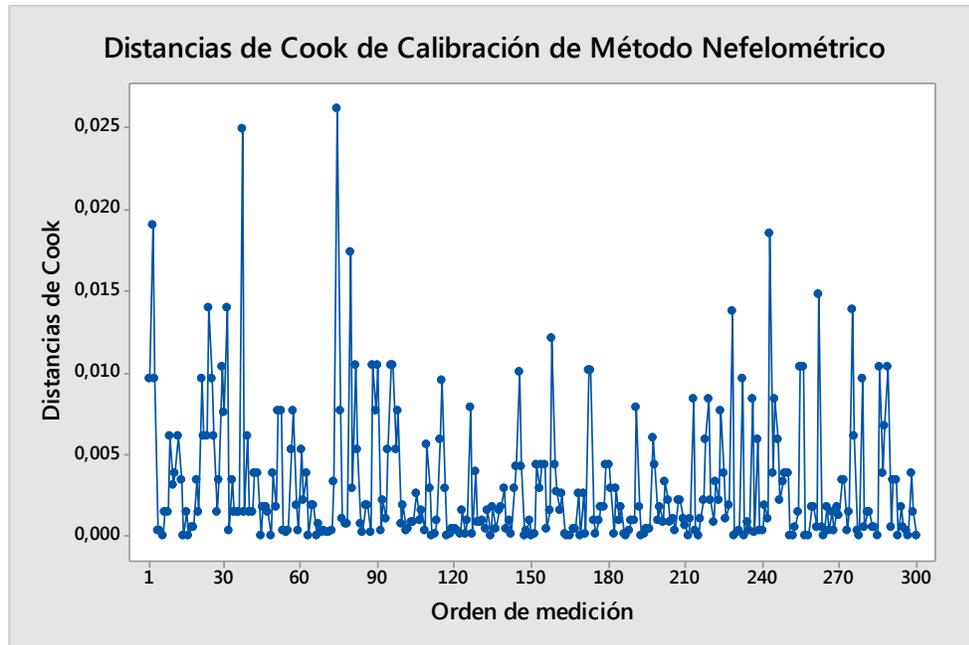
5.2.1.1.1.2 Identificación de valores atípicos.

Estadístico de Grubbs: Se calculó el estadístico de Grubbs para los 6 conjuntos de valores de señal analítica (es decir, a cada nivel de concentración). El mayor valor de Grubbs es el reportado en la tabla 1 como 2,55 (entre los seis calculados). Dicho valor es inferior al valor crítico del estadístico para de 3,14 para n=50 y un nivel de confianza de 95%. Esto significa que en los datos experimentales de la señal analítica a cada nivel de concentración de la calibración no existen valores atípicos a un nivel de confianza del 95%.

Distancias de Cook: La tabla 1 y la gráfica 2, indican que el valor máximo de las distancias de Cook de la recta de calibrado es 0,03, inferior a 1. Los datos

experimentales con respecto a la función de calibración no presentan valores atípicos.

Gráfica 2. Distancias de Cook de la Calibración del método nefelométrico



En las señales analíticas a cada nivel de concentración no se evidencian valores atípicos a un nivel de confianza del 95% y las distancias de Cook no revelan datos atípicos a lo largo de la calibración. Se puede decir que el método nefelométrico no proporciona valores atípicos en la evaluación de patrones de la recta de calibrado.

5.2.1.1.1.3 Normalidad.

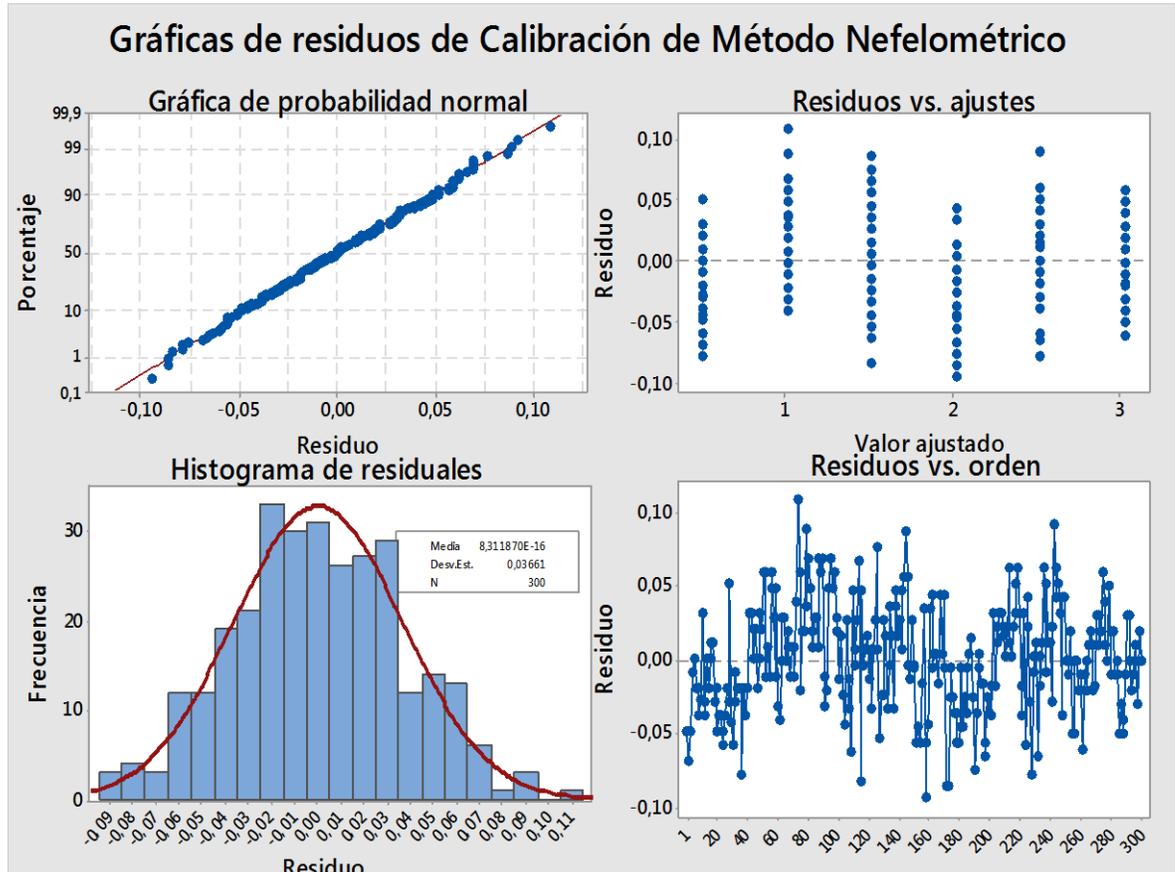
El histograma de residuales de la función de calibración presentado en el gráfico 3, indica que los residuales se distribuyen normalmente. La gráfica de probabilidad presenta un estadístico de Anderson-Darling de 0,259 menor al valor crítico de 0,751. Esto confirma que los residuales se comportan como una distribución normal. Las gráficas de residuos no presentan un patrón en su comportamiento y sugieren aleatoriedad en los residuales, evidencia de la normalidad de los datos experimentales. Se confirma el supuesto de normalidad que permite realizar el análisis de regresión y de varianza.

5.2.1.1.1.4 Homocedasticidad.

El estadístico de Bartlett de la función de calibrado, 7,35, es menor que el valor crítico para 6 niveles de concentración, 11,07. Las varianzas en cada nivel de concentración no son significativamente distintas a un nivel de confianza del 95%.

Se puede concluir que la varianza de la señal analítica es constante en el intervalo de calibración de 0,5 – 3 UNT. Por tanto, el método es homocedástico y se optó por un análisis de regresión lineal por el método paramétrico de los mínimos cuadrados.

Gráfica 3. Comportamiento de los residuos de la Calibración del método nefelométrico



5.2.1.1.1.5 Análisis de regresión y de varianza.

El análisis de regresión permite obtener la función de calibrado, o sea, un modelo lineal que proporciona información sobre la relación de la señal nefelométrica y la concentración de formacina (en términos de UNT). La tabla 2 muestra los resultados obtenidos del análisis de regresión lineal. El coeficiente de relación del modelo es 0,9982, el cual es satisfactorio. El estadístico t realizado sobre este coeficiente (287,32) es mucho mayor que el valor crítico (1,650) en un nivel de confianza de 95%. Esto sugiere que existe una fuerte correlación lineal entre la señal analítica y las unidades nefelométricas de los patrones de calibración.

Tabla 2. Análisis de regresión lineal y de varianza de Calibración del Método nefelométrico

	Parámetro		Desviación estándar	Contraste t	
				Valor exp.	Valor crítico
Análisis de Regresión	Coefficiente de relación	0,9982	---	287,32	1,650
	Pendiente	1,0047	0,002184	460,03	1,650
	Ordenada en el origen	0,0167	0,004253	3,9483	1,968
	Límites de pendiente	1,004519 -1,004936			
	Límites de ordenada en el origen	0,016307 - 0,017277			
	Ecuación del modelo	$T_{exp} = 1,004727 T_{patrón} + 0,0016792$			
Análisis de varianza	Sensibilidad	F	F _{exp}	F _{crit}	
			196013,59	2,21	

La pendiente de la función de calibrado es 1,0047. La estadístico t experimental de la pendiente es 460,03, mucho mayor que el valor crítico 1,65. Se rechaza la hipótesis nula y se concluye que la pendiente es significativamente distinta de cero (0) en un nivel de confianza del 95%. La desviación estándar de la pendiente 0,0022 en comparación con la concentración nominal, 2,00 UNT, es considerablemente pequeña e indica un efecto mínimo de los errores aleatorios sobre la señal analítica. Lo anterior es un índice de la sensibilidad del método, la señal analítica obtenida es directamente proporcional a la concentración nefelométrica en una relación de 1,0000:1,0047. Esta relación oscila entre los límites de confianza al 95% (1:1,0045 – 1:1,0049).

La ordenada en el origen de la función de calibrado del método es 0,0167 UNT. El valor del estadístico t de esta ordenada en el origen es 3,95, mucho mayor que el valor crítico de 1,650, por lo que se rechaza la hipótesis nula y se concluye que la ordenada en el origen es significativamente distinta de cero. Esto puede deberse a que el blanco utilizado para preparar las soluciones patrón tenía una turbidez de 0,20 UNT y la ordenada en el origen sería una estimación del efecto del blanco. Sin embargo, la bibliografía¹⁵⁴ establece que agua de ese nivel de turbidez puede ser perfectamente usada en la preparación de dichos patrones. Por otra parte, la ICH Q2A¹⁵⁵ recomienda que el valor de la ordenada en el origen es aceptable cuando es menor que el 1% de la concentración nominal. En este caso dicho valor es 0,02 UNT, cuyo valor es superior que 0,0167 UNT. Sin embargo, se puede analizar este valor en términos de ruido. Por regla, la relación entre la señal

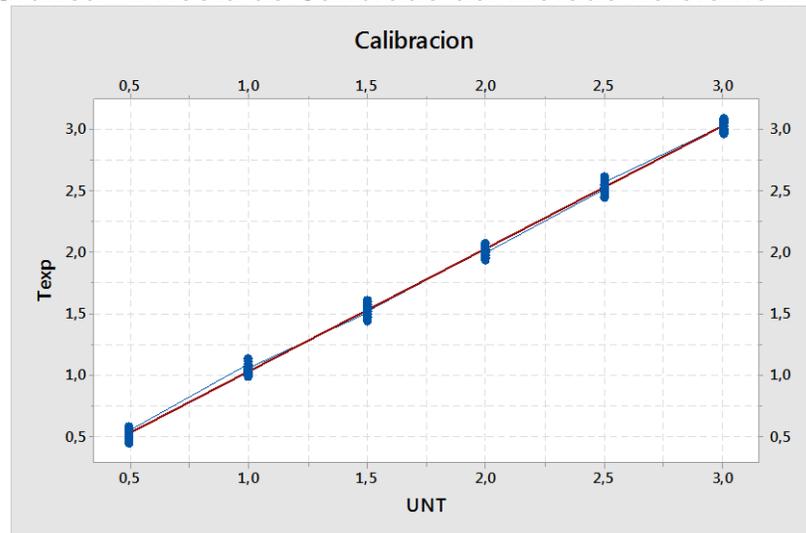
¹⁵⁴HACH, C.C., VANOUS, R.D., HEER, Op. Cit.

¹⁵⁵ICH Q2A. International Conference on Harmonisation of Technical Requirements for Registration of Pharmaceuticals for Human Use (ICH) ICH process. ICH Steering Committee. Center for Drug Evaluation and Research. 1995.

analítica y el ruido debe ser mayor a 2 o 3. La señal más baja en el intervalo de concentración establecido para la validación es 0,50 UNT. La relación entre este valor y la ordenada en el origen es de 30, valor satisfactorio en consideración del intervalo de validación. Por lo cual, se considera que dicho valor es aceptable. El análisis de este valor se complementa con la evaluación del límite de detección.

El análisis de varianza ANOVA realizado sobre la recta de calibración arroja un valor F de 196013,59, mayor que el valor crítico del estadístico, 2,21. Se rechaza la H_0 , que sugería que el efecto de los distintos niveles de concentración era el mismo, esto es que la señal analítica de la turbidez sería la misma para cada uno de los patrones de calibración. Además, se puede concluir que el efecto de los errores aleatorios sobre la señal analítica es mucho menor que el efecto de la concentración del analito formacina y que por tanto el método es sensible en a un nivel de confianza del 95%. Por otra parte, la sensibilidad de un método según Mandel, J. y Stieler D^{156} , se expresa por la relación entre la pendiente y la desviación estándar de los datos experimentales. El ANOVA realizado a la función de calibración proporciona una desviación estándar de los datos de 0,04. La sensibilidad analítica tiene un valor adimensional de 27, el cual es un valor aceptable.

Gráfica 4. Recta de Calibrado del método nefelométrico



Hasta esta parte se puede concluir que el método nefelométrico proporciona un modelo de $T_{exp} = 1,0047 T_{patrón} + 0,00168$ con un nivel de confianza del 95%. Las cifras significativas por ahora se dejan extendidas para el lector y se deben tener en cuenta en el cálculo de un resultado, pero la turbidez debe ser expresada solo con dos cifras decimales ya que la resolución del turbidímetro así lo establece.

¹⁵⁶SKOOG, D., HOLLER, J., NIEMAN, T. Op. Cit. p. 13.

5.2.1.1.1.2 Número de determinaciones y lecturas nefelométricas.

En el presente trabajo, para el método nefelométrico, se le llama determinación (N) a la extracción de una alícuota de 15 mL de una muestra y su medición en el turbidímetro. Se estableció cuantas veces debería realizarse dicho procedimiento. Para ello se calculó los valores del estadístico ϕ y se comparó con los valores establecidos por curvas de operación característica. En la tabla 3 se presentan los valores de la potencia respecto al número de determinaciones. Se encontró que con 5 determinaciones se logra una potencia estadística de 0,94. Esto es que un número de cinco determinaciones es estadísticamente adecuado para la medición de la turbidez de una muestra.

Tabla 3. Número de determinaciones necesarias del método nefelométrico

N	ϕ^2	ϕ	Ni(N-1)	β	Potencia
1	0,83	0,91	0	No opera	-
2	1,67	1,29	6	0,800	0,20
3	2,50	1,58	12	0,500	0,50
4	3,33	1,83	18	0,150	0,85
5	4,17	2,04	24	0,060	0,94
6	5,00	2,24	30	0,020	0,98
7	5,83	2,42	36	No opera	-

Por otra parte, en este trabajo, para el método nefelométrico, se le llama lectura (n) a cada valor que proporciona el turbidímetro al realizar una lectura. Se estableció el efecto de las lecturas del turbidímetro sobre el resultado de una muestra y se estableció por medio el valor del estadístico ϕ y de las curvas de operación característica, el número de lecturas que se deberían realizar. La tabla 4 muestra dichos resultados. Se encontró que para tres lecturas se obtiene una potencia estadística de 0,98. O sea que tres lecturas del turbidímetro son estadísticamente adecuadas para la medición de turbidez de una muestra.

Se puede concluir que en LCCAPE para el análisis de rutina de una muestra de agua potable en el LCCAPE se deben extraer 5 alícuotas de 15 mL y debe realizarse tres lecturas de turbidímetro sobre cada alícuota. Por tanto, la evaluación de los demás criterios de la validación, las mediciones se realizaron midiendo 5 alícuotas de 15 mL y realizando 3 lecturas de turbidímetro de cada alícuota para cada patrón o muestra.

Tabla 4. Número de lecturas necesarias del método nefelométrico

N	ϕ^2	ϕ	Ni(N-1)	β	Potencia
1,80	4,20	2,050	5	No opera	-
2,00	4,67	2,161	6	0,30	0,70
2,60	6,07	2,464	10	0,07	0,93
2,80	6,54	2,557	11	0,03	0,97

3,00	7,01	2,647	12	0,02	0,98
4,00	9,34	3,056	18	No opera	-

5.2.1.1.2 Efecto general de la matriz de agua potable de Empoobando E.S.P.

El efecto general de la matriz conllevó a la construcción de rectas de calibración usando muestras reales, un blanco y un patrón de turbidez. Para cada recta de calibrado se evaluó los mismos parámetros que para la calibración con patrones. Los resultados del análisis se presentan en la tabla 5. En los resultados se limitó a presentar la evaluación estadística para la verificación de cada recta con respecto a los cuatro estadísticos más importantes como son el estadístico de Grubbs, Anderson-Darling, Bartlett y distancias de Cook. En los cuatro casos se encontró que dichos criterios eran aceptables, esto es que al construir rectas de calibrado con muestras reales se obtienen datos experimentales sin valores atípicos, se mantiene la normalidad de los residuales y la homocedasticidad del método.

Tabla 5. Análisis estadístico del efecto de la matriz en el método nefelométrico

Estadístico	Valor crítico	Calibración	Efecto 1	Efecto 2	Efecto 3
Grubbs	2,97	2,55	2,94	2,79	2,58
Distancias de Cook	1,00	0,03	0,00	0,04	0,03
AD	0,75	0,26	0,65	0,50	0,54
Bartlett	11,07	7,35	6,87	2,26	5,46
Suma de cuadrados total individual		219	215	216	215
Sumatoria de la suma de cuadrados individual			865		
Suma de cuadrados combinada			867		
F		F _{exp}	0,4	F _{crit}	2,1

Se realizó el test de Chow. Para ello se realizaron análisis de varianza a las cuatro rectas y se obtuvo la suma de cuadrados de cada una de las rectas. Se obtuvo una recta de calibrado general, esto es, incluyendo los datos experimentales de las cuatro rectas (de calibrado, de matriz a baja, media y alta concentración) y se realizó el análisis de varianza de dicha recta general, para obtener una suma de cuadrados total. Se calculó el estadístico de Chow el cual fue 0,40, muy inferior al valor crítico del estadístico, 2,1. Este resultado nos informa que la matriz de agua potable no produce, en un nivel de confianza del 95%, cambios significativos sobre los parámetros del modelo de calibrado. Se puede concluir que no existe un mal apareamiento debido a la matriz de agua potable de empoobando E.S.P y que el método es aplicable a dicha matriz. El método nefelométrico es aplicable para la determinación de turbidez de muestras de agua potable en el LCCAPE ya que los criterios de desempeño respecto a la linealidad son aceptables.

5.2.1.1.3 Límite de detección.

Al evaluar el límite de detección se obtuvo una media de 0,50 UNT a partir del análisis de 6 soluciones patrón de 0,50 UNT. La desviación estándar de los resultados es 0,02 UNT (0,0149). El límite de detección es tres veces dicha desviación estándar, 0,045 UNT. Anteriormente se estableció que se podía considerar la ordenada en el origen de la función de calibración, 0,0167UNT, como el ruido del método. Si se parte de una relación señal/ruido igual a 3, se diría que la mínima señal de turbidez aceptable sea 0,0500 UNT, un valor cercano a 0,045UNT. Sin embargo, conviene establecer como límite de detección el valor 0,05UNT porque está más lejos de la señal del posible ruido.

5.2.1.2 Exactitud.

5.2.1.2.1 Veracidad.

5.2.1.2.1.1 Sesgo proporcional.

El sesgo proporcional se evaluó según el estadístico t obtenido a partir del método de adiciones estándar. Para cada una de las muestras elegidas se obtuvo un valor del estadístico t y en todos los casos fue menor que el valor crítico establecido para cada recta como lo muestra la tabla 6.

El sesgo del método a lo largo de todo el intervalo de validación es aceptable. El método nefelométrico presenta una recuperación aceptable a lo largo de todo el intervalo de validación a un nivel de confianza del 95% en la medición de turbidez dentro de LCCAPE.

5.2.1.2.1.2 Sesgo constante.

El valor absoluto del sesgo constante encontrado por el método de Youden es 0,016 UNT (Gráfica 5) mucho menor que el valor crítico 0,630. El sesgo no es significativamente distinto de cero en un nivel de confianza del 95%. El método nefelométrico presenta un valor aceptable con respecto al sesgo constante.

5.2.1.2.2 Precisión.

5.2.1.2.2.1 Repetibilidad.

Los límites del coeficiente de variación reportados¹⁵⁷ para el intervalo de validación son 11,0 para la concentración más alta y 5,3 para la concentración más baja. Los coeficientes de variación obtenidos en condiciones de repetibilidad en análisis de

¹⁵⁷AEFI. Op. Cit. p. 83

patrón y de muestra presentados en la tabla 7 son menores a dichos coeficientes de variación límite reportados. El método nefelométrico presenta una repetibilidad aceptable a nivel instrumental y a nivel de análisis de muestras reales de agua potable de empoobando E.S.P. La repetibilidad del método se puede considerar en términos de UNT como 0,04 UNT.

Tabla 6. Sesgo proporcional del método nefelométrico

M	M_x (UNT)	B o R	t_{exp}	t_{crit}
M1	0,51	1,02	0,0213	0,0393
		1,02	0,0216	0,0329
		1,02	0,0205	0,0344
M2	0,97	1,04	0,0431	0,0486
		1,02	0,0192	0,0491
		1,04	0,0355	0,0371
M3	1,61	0,97	0,0274	0,0442
		0,96	0,0441	0,0442
		1,04	0,0389	0,0422
M4	2,39	0,92	0,0761	0,0848
		1,03	0,0278	0,0415
		1,05	0,0452	0,0777
M5	2,62	1,03	0,0283	0,0310
		0,98	0,0217	0,0242
		1,03	0,0319	0,0324

Gráfica 5. Recta de Youden del método nefelométrico

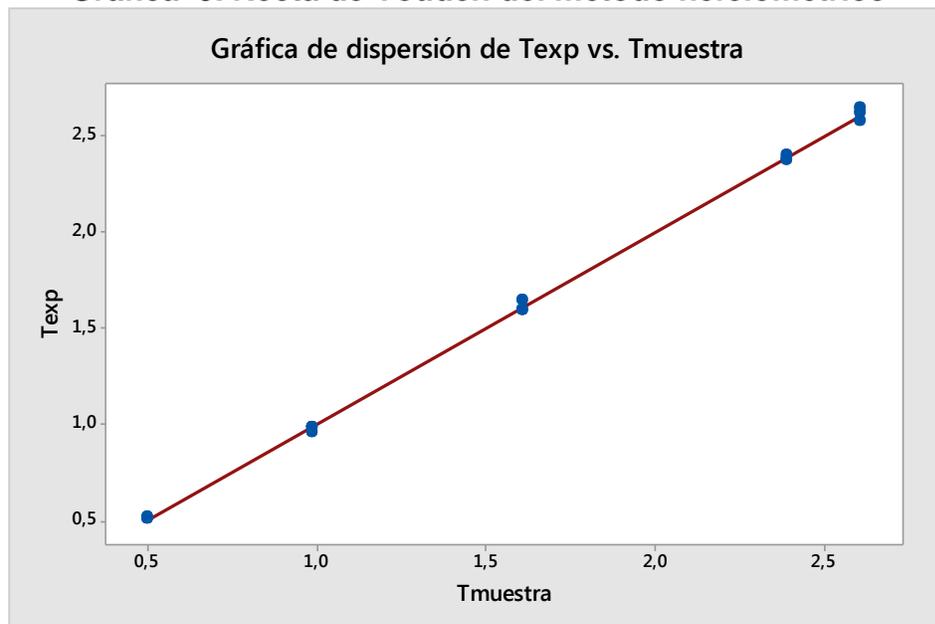


Tabla 7. Repetibilidad del método nefelométrico.

CRITERIO	[UNT]	Rep	N	n	T	s	CV
Repetibilidad instrumental	2,00	6	5	3	1,97	0,028	1,4
Repetibilidad del método	0,93	3	5	3	0,93	0,015	1,6
	1,81	3	5	3	1,81	0,026	1,4
	3,20	3	5	3	3,20	0,039	1,2

5.2.1.2.2.2 Precisión Intermedia.

Tabla 8. Análisis multifactorial de la precisión intermedia del método nefelométrico

Fuente	SC	G.L	CM	Fexp	Fcrit
Réplica	0,000450	2	0,00023	0,10	6,94
Día	0,001378	2	0,00069	0,32	6,94
Analista	0,000478	1	0,00048	0,22	7,71
Replica x Día	0,00316	4	0,00079	0,36	6,39
Replica x Analista	0,00223	2	0,00112	0,51	6,94
Día x Analista	0,01256	2	0,00628	2,89	6,94
Replica x Día x Analista	0,0087	4	0,00218	1,00	6,39
Total	0,028961	17	0,01214	Precisión Intermedia= 0,11UNT	

El análisis de varianza multifactorial realizado a los datos experimentales de la evaluación de la precisión intermedia presenta la variabilidad debida a cada uno de los factores o interacción entre factores en términos de los cuadrados medios. Ninguno de los factores o interacción presenta efectos sobre la señal analítica del método nefelométrico. El valor del estadístico F para cada uno de los factores indica que ninguno de esos factores tiene un efecto sobre el valor medio de la turbidez significativo a un nivel de confianza del 95%. La precisión intermedia del método nefelométrico es aceptable y tiene un valor de 0,11 UNT.

5.2.1.2.2.3 Precisión global.

La precisión global se calcula a partir de la ley de propagación de errores. La precisión del método nefelométrico es 0,12 UNT.

5.2.1.3 Cálculo de la turbidez de una muestra y su incertidumbre.

La expresión para calcular la turbidez de una muestra a partir del método nefelométrico en LCCAPE es la siguiente:

$$T_{muestra} = \frac{T_{exp} - 0,0016792\text{UNT}}{1,004727} \quad \text{Ec. 34}$$

Donde T_{exp} es el promedio de los valores de turbidez obtenidos y $T_{muestra}$ es la turbidez de la muestra de agua potable.

La incertidumbre asociada a la medición de turbidez se determina con los valores obtenidos en la validación.

Cuadro 7. Incertidumbre asociada a la medición de turbidez

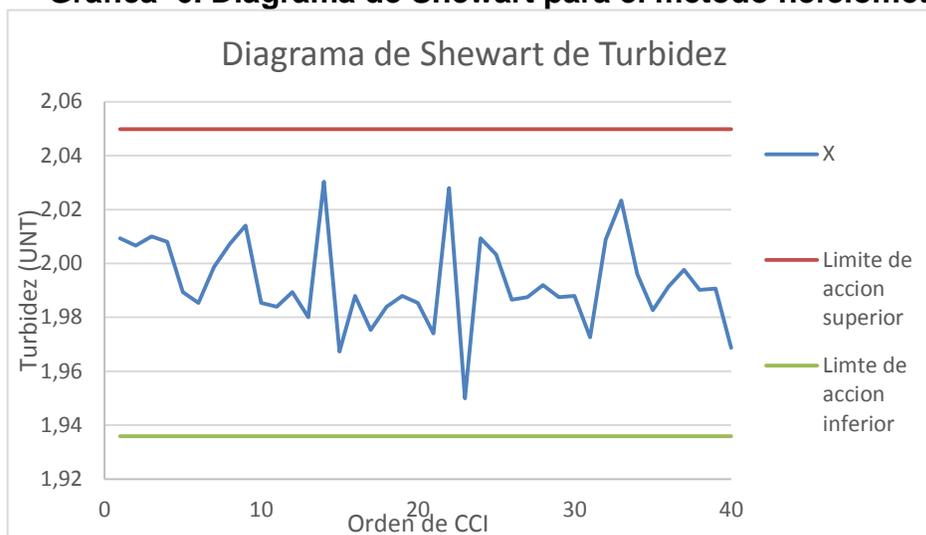
Componentes de U_T	Incertidumbre combinada	Incertidumbre total
Precisión 0,12 UNT		
Veracidad 0,016 UNT		
Incertidumbre de sesgo 0,198 UNT		

La incertidumbre total asociada al valor de turbidez medido por el método nefelométrico en muestras de agua potable en LCCAPE es de 0,46UNT.

5.2.1.4 Control de calidad.

El diagrama de Shewart de turbidez del método nefelométrico demuestra que el método proporciona resultados para análisis de rutina que no tienen tendencias dependientes del tiempo que sean significativas y que sus errores aleatorios en las medidas no son demasiado grandes. Esto es que el proceso analítico está bajo control.

Gráfica 6. Diagrama de Shewart para el método nefelométrico.



Conclusión final de la validación.

El método nefelométrico 2130B presenta el modelo $T_{exp} = 1,004727 T_{patrón} + 0,0016792$ a un 95% de confianza. Su límite de detección es de 0,05 UNT. Su aplicabilidad es aceptable para la matriz de agua potable del LCCAPE a un nivel de confianza del 95%. Su veracidad es aceptable en un 95% de confianza. Su precisión global es de 0,12 UNT. El diagrama de Shewart de rangos para el análisis de muestras presenta un buen comportamiento. Por tanto, se puede considerar que el método nefelométrico 2130B se encuentra validado en el LCCAPE a nivel intra-laboratorio para un intervalo de turbidez de 0,50 – 2,00 UNT y es aplicable como ensayo de rutina.

5.2.2 Validación del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CL G) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P

5.2.2.1 Linealidad y rango

5.2.2.1.1 Calibración

5.2.2.1.1.1 Verificación del modelo de regresión

Estadístico de Grubbs: La tabla 9 muestra el mayor valor para el estadístico de Grubbs que presentan los datos de la calibración del método fotométrico DFD. Este valor es evaluado para cada uno de los niveles de concentración. El mayor valor es 1,69, menor al valor crítico de dicho estadístico 1,71 para $n=5$ y un nivel de confianza del 95%. Esto quiere decir que los datos de absorbancia para cada

nivel de concentración obtenidos en este procedimiento no presentan datos atípicos en un nivel de confianza del 95%.

Tabla 9. Verificación del modelo de regresión del método fotométrico DFD

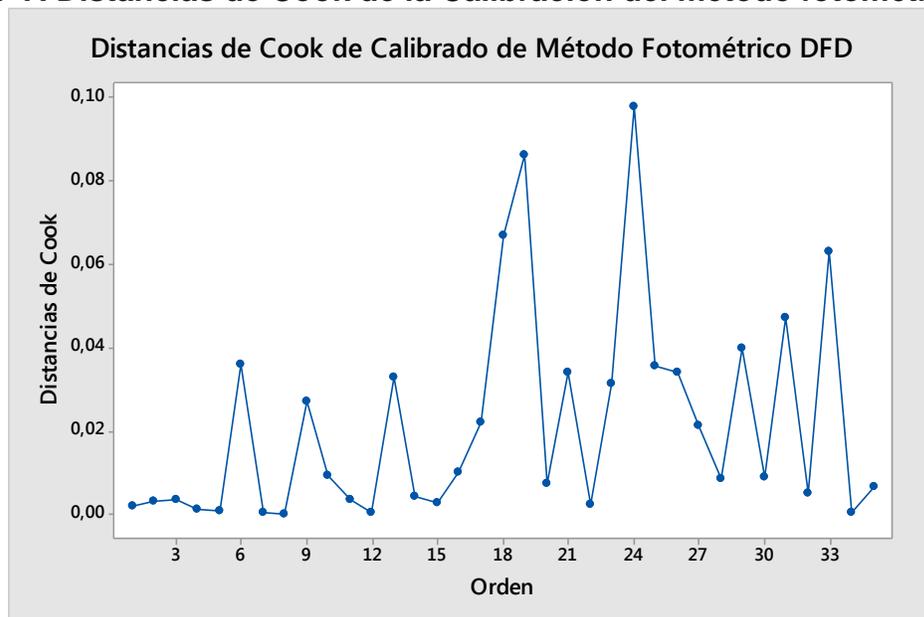
Tipo de verificación	Estadístico	Valor Experimental	Valor crítico
Identificación de valores atípicos	Grubbs ^a	1,69	1,71
	Distancias de Cook	0,10	1,00
Normalidad	AD	0,374	0,751
Homocedasticidad	Bartlett	8,34	14,45

^aGrubbs: Se determinó el valor del estadístico de Grubbs para el conjunto de valores de señal analítica correspondiente a cada nivel de concentración. En esta tabla se presenta el mayor valor de Grubbs.

5.2.2.1.1.1 Identificación de valores atípicos

Distancias de Cook: La gráfica 7 de distancias de Cook, muestra los valores de las distancias de Cook para cada dato experimental de absorbancia de la recta de calibrado. La tabla 9 señala el mayor valor de estas distancias 0,10, el cual es menor que el valor crítico 1,00. Al evaluar todo el conjunto de datos experimentales de la recta de calibrado se concluye que no se encuentran datos atípicos a la recta.

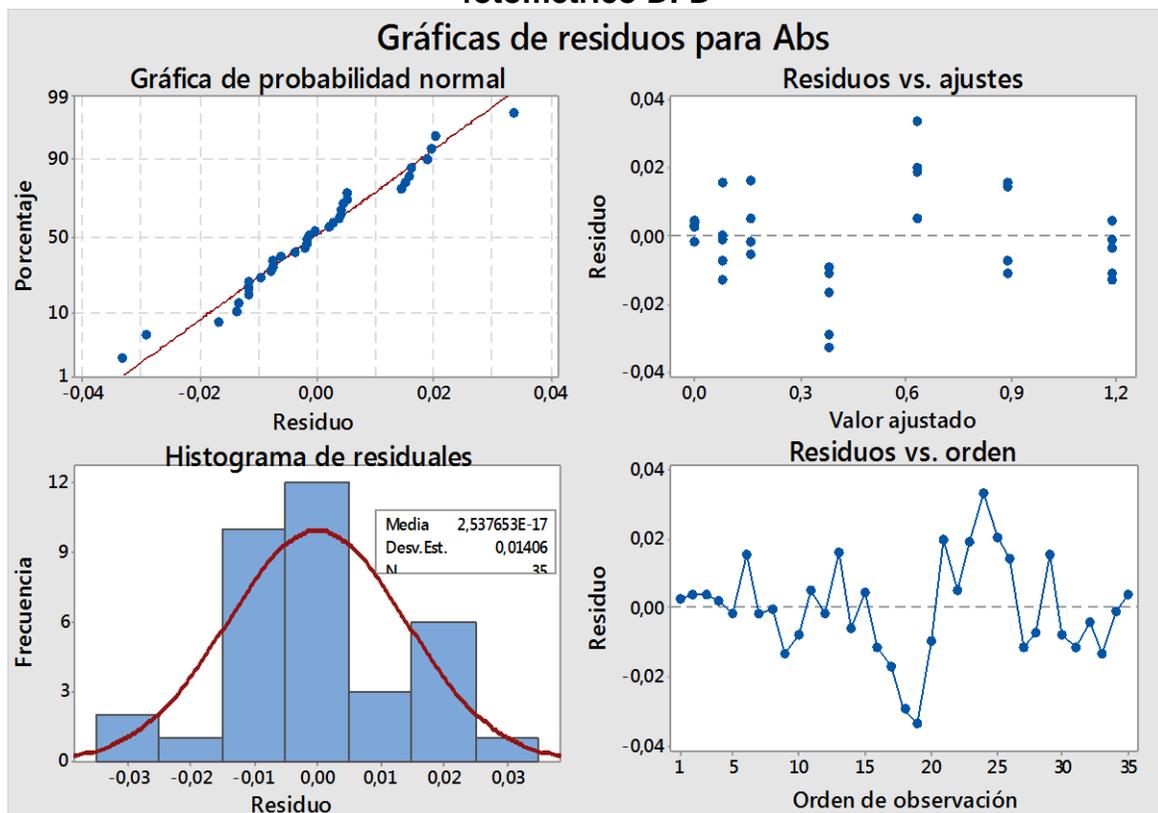
Gráfica 7. Distancias de Cook de la Calibración del método fotométrico DFD



5.2.2.1.1.2 Normalidad

El histograma de residuales de la gráfica 8 indica que se comportan de forma similar a una distribución normal. El comportamiento de los residuales frente al orden y los ajustes es aleatorio y visualmente no presenta un patrón de distribución. Esto se confirma con la gráfica de probabilidad normal que indica que todos los residuales se encuentran dentro de los límites de la normalidad. Al comparar la distribución normal con la distribución de los residuales, por medio del estadístico Anderson-Darling, se obtiene que el valor de dicho estadístico para los residuales de la calibración es de 0,374, menor al valor crítico de 0,751, y se concluye que los residuales si provienen de una población con distribución normal en un nivel de confianza del 95% y por ende, se verifica el supuesto de normalidad.

Gráfica 8. Comportamiento de los residuos de la Calibración del método fotométrico DFD



5.2.2.1.1.1.3 Homocedasticidad

El método fotométrico DFD presenta un valor de 8,45 para el estadístico de Bartlett, menor al valor crítico del estadístico para una comparación de las siete varianzas (una a cada nivel de concentración de la recta de calibrado). El método fotométrico DFD es homocedástico en el intervalo de 0 – 4 ppm de Cl_2 a un nivel de confianza del 95%.

Se concluye que el método para la recta de calibrado no proporciona datos atípicos, que sus residuales se distribuyen normalmente y presenta homocedasticidad. Por tanto, se puede hacer el respectivo análisis de regresión lineal y de varianza ANOVA.

- Análisis de regresión y varianza

Los resultados del análisis de regresión se presentan en la tabla 10. El coeficiente de relación de la recta de calibrado del método fotométrico DFD tiene un valor satisfactorio de 0,9994. El valor del estadístico t para este coeficiente es de 513,20, mucho mayor que el valor crítico de 1,96. Se puede concluir que entre la señal analítica, absorbancia, y la concentración de cloro residual, existe una correlación lineal significativa en un nivel de confianza de 95%. La pendiente de la recta de calibrado es 0,2938 mg⁻¹L. Si se hace la regresión en términos de concentración molar de Cl₂ vs la absorbancia, se obtiene el valor del coeficiente de extinción molar, el cual en este caso fue de 20954 mol⁻¹ L cm⁻¹ a 550 nm.

Este valor es congruente con lo reportado en la bibliografía para dialquilfenilendiaminas oxidadas cuyos coeficientes de extinción molar a 550 nm son 21000 mol⁻¹ L cm⁻¹¹⁵⁸. Es importante señalar que la reacción ocurre por vía radicales libres, por lo cual la especie absorbente o cromóforo es el radical catión DPD•+ de la dipropilfenilendiamina, cuya coloración es muy estable debida a la resonancia implícita por el anillo aromático.

Tabla 10. Análisis de regresión lineal y de varianza de Calibración del Método Fotométrico DFD.

	Parámetro		Desviación estándar	Contraste t	
				Valor exp.	Valor crit.
Análisis de Regresión	Coefficiente de relación	0,9994	----	513,20	1,96
	Pendiente	0,2938	0,001061	277,02	1,96
	Ordenada en el origen	0,0040	0,002268	1,74	1,96
	Límites de pendiente	0,293474502 - 0,294209559			
	Límites de ordenada en el origen	0,003171203 - 0,004743079			
	Ecuación del modelo	Abs = 0,00396 + 0,29384 ppm			
	ANOVA	Sensibilidad	F _{exp}		F _{crít}
29165,91			5,42		

¹⁵⁸ BADER, H., STURZENEGGER, V., HOIGNI, J. Photometric method for the determination of low concentrations of hydrogen peroxide by the peroxidase catalyzed oxidation of N,N-diethyl-p-phenylenediamine (DPD). Wat. Res. Vol. 22, No. 9, pp. 1109-1115, 1988

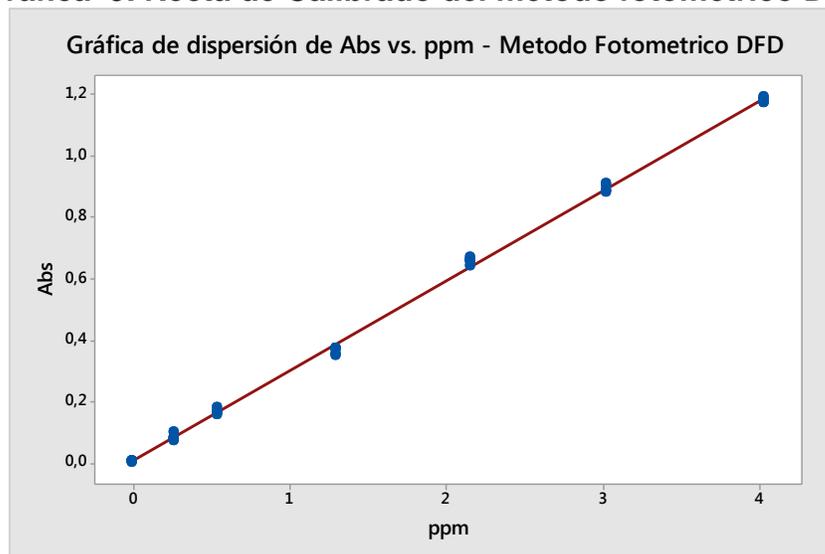
Además, la prueba estadística t para el valor de la pendiente, 277,02, es muy superior al valor crítico de dicho estadístico, o sea es significativamente distinta de cero en un nivel de confianza del 95%. Su desviación estándar, $0,002268 \text{ mg}^{-1}\text{L}$ indica un efecto pequeño de los errores aleatorios sobre la señal analítica absorbancia expuesta en los límites de la pendiente al 95 % de confianza ($0,2935 - 0,2942 \text{ mg}^{-1}\text{L}$). El valor de la ordenada en el origen de la recta de calibrado es del 0,2 % del valor nominal máximo de cloro residual y 1,3 % del valor mínimo de cloro residual. La prueba estadística t indica que no es significativamente distinto de cero a un nivel de confianza del 95%. La ordenada en el origen de la recta de calibrado es aceptable.

El análisis de varianza realizado sobre los datos experimentales de la calibración arroja un valor del estadístico F de 29165,21 muy superior al valor crítico de 5,42. Esto señala dos aspectos, se comprueba un efecto significativo al 95% de confianza de la concentración de cloro residual sobre la señal analítica absorbancia y se comprueba que los errores aleatorios no presentan un efecto estadísticamente significativo sobre la señal analítica absorbancia. Por tanto, el método demuestra una sensibilidad frente a la concentración de cloro residual, que en términos de Mandel, J. y Stielor D^{159} tiene el valor adimensional de 21, valor satisfactorio que indica que el método es sensible a la concentración de cloro residual.

El método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CL G) presenta el siguiente modelo $\text{Abs} = 0,00396 + 0,29384 \text{ ppm de Cl}_2$ con un nivel de confianza del 95%. Nuevamente, las cifras significativas por ahora se dejan extendidas para el lector y se deben tener en cuenta en el cálculo de un resultado, pero la concentración de cloro residual en ppm debe ser expresada con dos cifras decimales.

¹⁵⁹ SKOOG, D., HOLLER, J., NIEMAN, T. Op. Cit. 13

Gráfica 9. Recta de Calibrado del método fotométrico DFD



5.2.2.1.1.2 Número de determinaciones y lecturas fotométricas.

En el presente trabajo, se le denomina determinación al procedimiento que incluye: Extracción de 10 mL de muestra, la adición de 85 mg de DFD, agitación durante un minuto, trasvase a una celda de 1 cm del fotómetro, medición de la absorbancia. Por tanto, se estableció el número de determinaciones que deben ser realizadas sobre una muestra para la medición de cloro residual con cierta potencia estadística. Para ello, se evaluó el efecto de las determinaciones sobre el valor de la señal analítica absorbancia en la recta de calibrado. A partir de ese efecto se calculó ϕ^2 y por ende las determinaciones necesarias a partir de las curvas de operación característica. En este caso, se encontró que el número de determinaciones es 2 (Tabla 11).

Tabla 11. Número de determinaciones necesarias para el método fotométrico DFD

N	ϕ^2	ϕ	Ni(N-1)	β	Potencia
1	7,11	2,67	0	No opera	-
2	14,22	3,77	7	0,040	0,96
3	21,33	4,62	14	No opera	-

Además, en la calibración se realizaron cinco lecturas fotométricas por cada determinación realizada. Se evaluó el efecto de las lecturas sobre la señal analítica absorbancia a un nivel de concentración a partir de la función ϕ^2 y de las curvas de operación característica. En este caso se encontró que el número de lecturas fotométricas adecuado era de 3 (Tabla 12).

Tabla 12. Número de lecturas necesarias para el método fotométrico DFD

N	ϕ^2	ϕ	Ni(N-1)	β	Potencia
1	2,10	1,45	0	No opera	-
2	4,21	2,05	6	0,30	0,70
3	6,31	2,51	12	0,03	0,97
4	8,42	2,90	18	No opera	-
5	10,52	3,24	24	No opera	-

Se concluye que para la determinación de cloro residual de agua potable en el LCCAPE se debe realizar dos determinaciones con tres lecturas fotométricas cada una. Así se realizó el análisis fotométrico en el subsecuente análisis de validación.

5.2.2.1.2 Efecto general de la matriz

A partir de muestras reales de agua potable, se prepararon soluciones con concentraciones de cloro residual en todo el intervalo de validación, y con base en ellas se evaluó un posible mal apareamiento de la matriz. Los datos experimentales de las rectas de calibrado obtenidas con la matriz real de agua potable fueron evaluados de la misma forma que la recta de calibración y se obtuvieron los valores de la tabla 13.

En cada caso los valores del estadístico de Grubbs, de las distancias de Cook, del estadístico Anderson-Darling y del estadístico de Bartlett, fueron menores que los valores críticos. Esto significa que en las tres rectas de calibrado preparadas con muestras de agua potable se obtuvieron datos sin valores atípicos, con residuales normalizados y la variabilidad constante en todos los niveles de concentración.

Se realizó el análisis de varianza de cada una de las rectas y se aplicó el test de Chow. El valor del estadístico de Chow fue 0,41, menor que el valor crítico, lo que quiere decir que la matriz de agua potable proveniente de los análisis de rutina del LCCAPE, no presenta efectos o no causa cambios significativos en los parámetros del modelo propuesto por la calibración a un nivel de confianza del 95%.

Esto significa que no existe un mal apareamiento de la matriz y que se ha alcanzado lo que se denomina saturación del efecto interactivo. Esta evidencia del efecto no significativo de los interferentes por parte de la matriz coincide con la caracterización fisicoquímica y microbiológica de las aguas crudas del río blanco realizada por EMPOOBANDO (para efectos de concesión de aguas, copia en ANEXO F) en la cual se reporta que la concentración de manganeso, cobre y hierro están por debajo del límite de detección y de los niveles de concentración a los que estos componentes causan interferencias en el método¹⁶⁰.

¹⁶⁰ RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, Op. Cit. p. 657.

Tabla 13. Análisis estadístico del efecto de la matriz en el método fotométrico DFD

Estadístico	Valor critico	Calibración	Efecto 1	Efecto 2	Efecto 3
Grubbs	1,67	1,69	1,43	1,50	1,62
Distancias de Cook	1,00	0,10	0,12	0,25	0,13
AD	0,75	0,37	0,13	0,21	0,40
Bartlett	14,99	8,34	3,28	2,06	5,72
Suma de cuadrados total individual		5,9	4,4	4,7	4,4
Sumatoria de la suma de cuadrados individual		19,4			
Suma de cuadrados combinada		18,1			
F		Fexp	0,97	Fcrit	2,41

En conclusión, el método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CL G) es aplicable para la determinación de cloro residual en muestras de rutina del LCCAPE en el intervalo definido por la validación.

5.2.2.1.3 Límite de detección

El límite de detección del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CI G) es 0,02 ppm de Cl₂. El método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CI G) esta validado entre el 0 – 200% del valor nominal ó sea entre 0 – 4 ppm de Cl₂. Se puede decir que el método proporciona valores confiables de cloro residual desde 0,014 – 4 ppm de Cl₂.

5.2.2.2 Exactitud

5.2.2.2.1 Veracidad

- Sesgo proporcional

A partir del método de adiciones estándar se estimó el sesgo proporcional del método a lo largo del intervalo de validación.

Para ello se realizó dicho procedimiento con siete muestras.

En ninguno de los casos, el valor del estadístico t de la pendiente de dichas rectas de adición estándar fue mayor que el valor crítico establecido para cada recta (Tabla 14).

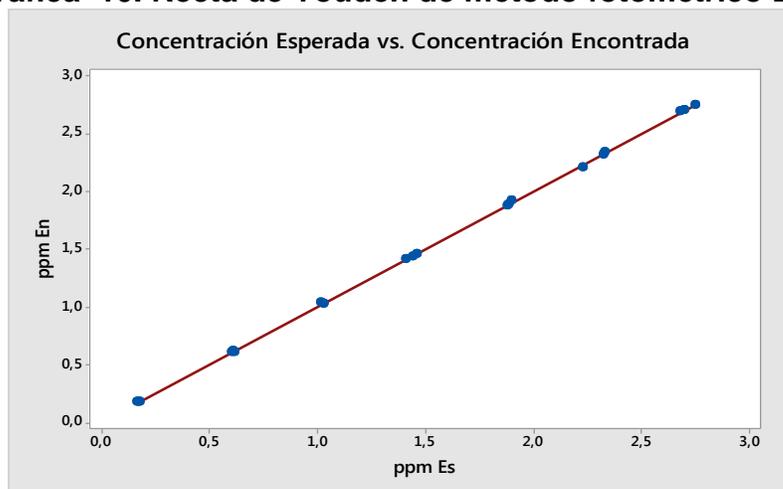
El sesgo proporcional no es estadísticamente significativo a un nivel de confianza del 95% a lo largo de todo el intervalo de validación.

Tabla 14. Sesgo proporcional para el método fotométrico DFD

M	M_x (ppm de Cl_2)	b o R	t_{exp}	t_{crit}
M1	0,17	1,0007	0,0007	0,0375
	0,17	1,0107	0,0107	0,0300
	0,18	1,0061	0,0061	0,0327
M2	0,61	1,0293	0,0293	0,0971
	0,62	1,0007	0,0007	0,0883
	0,62	0,9949	0,0051	0,0657
M3	1,03	1,0206	0,0206	0,0632
	1,02	0,9360	0,0640	0,0689
	1,03	0,9488	0,0512	0,1389
M4	1,47	0,9976	0,0024	0,0710
	1,44	1,0577	0,0577	0,0607
	1,41	1,0099	0,0099	0,0614
M5	1,88	1,0421	0,0421	0,0667
	1,89	1,0377	0,0377	0,0736
	1,90	0,9730	0,0270	0,1361
M6	2,34	0,9759	0,0241	0,0606
	2,33	1,0212	0,0212	0,1761
	2,23	1,0501	0,0501	0,0721
M7	2,75	0,9856	0,0144	0,0442
	2,70	0,9837	0,0163	0,0857
	2,69	0,9651	0,0349	0,0554

- Sesgo constante

Gráfica 10. Recta de Youden de método fotométrico DFD



El valor del sesgo constante encontrado por el método de Youden es 0,003 ppm de Cl₂, mucho menor que el valor crítico de 0,084. El sesgo constante del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) no es significativamente distinto de cero (gráfica 10).

Tanto el sesgo proporcional como el sesgo constante para el método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) no son significativamente distintos de cero en un nivel de confianza del 95% y por tanto son aceptables. El método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) no presenta sesgo y se puede considerar veraz.

5.2.2.2.2 Precisión

- Repetibilidad

Tabla 15. Repetibilidad del método fotométrico DFD

CRITERIO	M (ppm de Cl ₂)	Rep	N	n	ppm de Cl ₂	s	CV	CV _{crit}
Repetibilidad instrumental	2,0	6	2	3	1,98	0,05	2,52	7,3
Repetibilidad del método	Baja	3	2	3	0,20	0,02	10,00	11,0
	Media	3	2	3	1,88	0,04	2,12	7,3
	Alta	3	2	3	3,66	0,03	0,82	7,3

La repetibilidad se evaluó con el coeficiente de variación (Tabla 15), cuyos valores para todos los casos fueron menores que los valores límite del coeficiente de variación reportados¹⁶¹ para las concentraciones manejadas. La repetibilidad tiene un valor aportante a la precisión global de 0,037 ppm de Cl₂. El método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) presenta una repetibilidad aceptable tanto instrumental como en el análisis de muestras reales del LCCAPE.

- Precisión intermedia

El análisis de varianza multifactorial de los resultados del ensayo de evaluación de la precisión intermedia demuestra un comportamiento no aceptable para la reproducibilidad de los resultados. Como se muestra en la tabla 16, el valor de F para el efecto réplica y el efecto analista son menores que el valor crítico, o sea que el efecto de estos factores sobre la señal analítica absorbancia no son superiores a los efectos aleatorios. Sin embargo, el factor día tiene un efecto realmente significativo sobre el resultado con un F muy superior al valor crítico.

¹⁶¹AEFI. Op. Cit. p. 83

Tabla 16. Análisis Multifactorial de la Precisión Intermedia del método fotométrico DFD.

Precisión intermedia	Análisis de varianza del diseño anidado para determinar precisión intermedia de tres factores: Analista, día y réplica.					
	Fuente	SC	G.L	CM	Fexp	Fcrit
	Réplica	0,002	2	0,001	1,1	5,1
	Día	19,859	2	9,929	9095,5	5,1
	Analista	0,000	1	0,000	0,0	6,6
	residual	0,013	12	0,001		
	Total	19,874	17	Variabilidad No Aceptable.		
	Análisis de varianza del diseño anidado para determinar precisión intermedia de dos factores: Analista y réplica.					
	Fuente	SC	G.L	CM	Fexp	Fcrit
	Réplica	0,001244	2	0,000622	0,2	8,43
	Analista	0,001442	1	0,001442	0,5	10,01
	residual	0,006314	2	0,003157		
	Total	0,009000	5	Precisión intermedia: 0,042 ppm de Cl ₂		

El efecto significativo del factor día sobre la reproducibilidad de los datos se debe que el cloro residual no es estable en soluciones acuosas y tiende a disminuir su concentración con el tiempo.

Se reporta¹⁶² que en soluciones cuya concentración de cloro residual es 2,1 ppm, al cabo de 10 horas, la concentración de cloro residual disminuye hasta un 30% y al cabo de 24 horas disminuye a 10%. Esto quiere decir que la reproducibilidad de los resultados del método se ven limitados por el factor día.

Si se elimina el efecto del factor día del análisis de varianza multifactorial, se encuentra que el efecto del analista y de la réplica siguen siendo menores a los errores aleatorios que afectan el resultado de cloro residual (Tabla 16).

Por tanto, el método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) solo es reproducible frente al factor analista y es repetible. Ya que la variabilidad de los resultados se afecta por el factor día en un nivel de confianza del 95%, es necesario que el procedimiento de operación estándar del método establezca como instructivo el análisis inmediato de cloro residual en las muestras de agua potable del LCCAPE.

La precisión intermedia en los términos mencionados anteriormente tiene el valor de 0,042 ppm de Cl₂.

¹⁶²BAHRUDDIN, S., WAN TATT, W., SARIFF, JAB., IDIRIS, S., SLATER, J., *Development of flow injection spectrophotometric methods for the determination of free available chlorine and total available chlorine: comparative study*. AnalyticaChimicaActa 537 (2005) 197–206

- Precisión global

La precisión global del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) es 0,048 ppm de Cl₂. El valor de esta variabilidad reportado¹⁶³ para este método es de 0,052 ppm de Cl₂. El método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) presenta una precisión aceptable.

5.2.2.3 Cálculo del cloro residual de una muestra y su incertidumbre

La expresión para calcular cloro residual en una muestra es la siguiente:

$$ppm \text{ de } Cl_2, \text{ muestra} = \frac{A - 000396a}{0,29384 \text{ L mg}^{-1}a} \quad \text{Ec. 35}$$

Donde A es la absorbancia promedio de las dos determinaciones realizadas sobre la muestra. Los ppm de Cl₂ se expresan en mg/L con dos cifras decimales.

La incertidumbre asociada a la medición de cloro residual se determina con los valores obtenidos en la validación.

Cuadro 8. Incertidumbre asociada a la medición de cloro residual

Componentes de U_T	Incertidumbre combinada	Incertidumbre total
Precisión 0,048 ppm de Cl ₂		
Veracidad 0,003 ppm de Cl ₂		
Incertidumbre de sesgo 0,403 ppm de Cl ₂	0,06 ppm de Cl₂	0,12 ppm de Cl₂

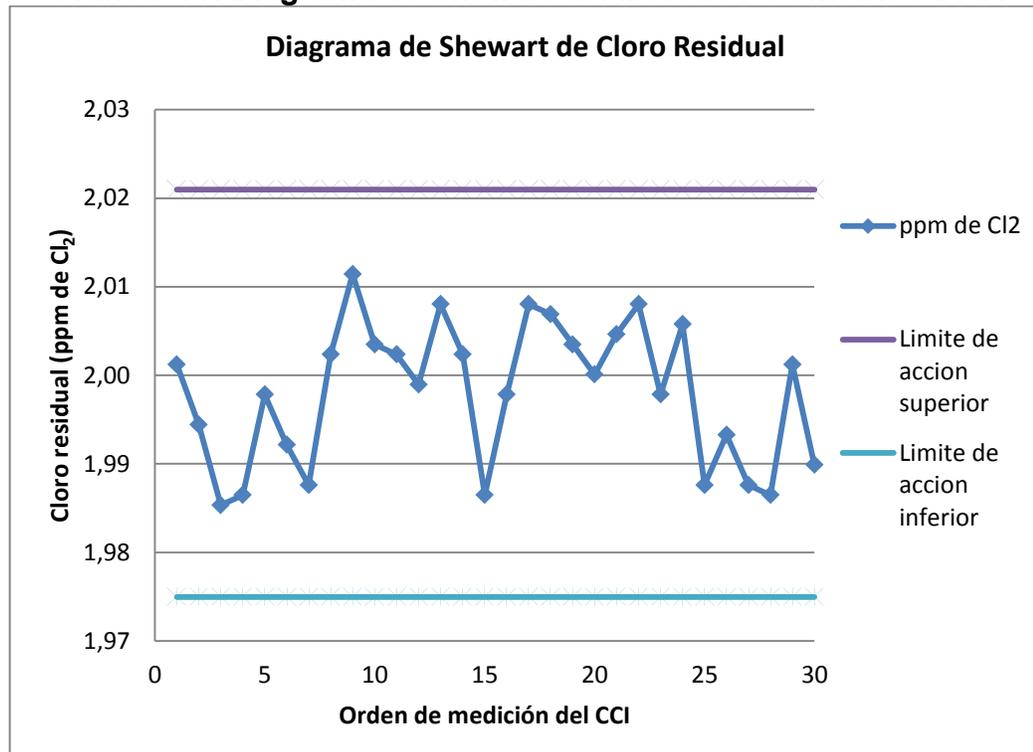
La incertidumbre total asociada al valor de cloro residual medido por el método fotométrico en muestras de agua potable en LCCAPE es de 0,12 ppm de Cl₂.

5.2.2.4 Control de calidad

El diagrama de Shewart del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) demuestran que el método proporciona resultados para análisis de rutina que no tienen tendencias dependientes del tiempo que sean significativas y que sus errores aleatorios en las medidas no son demasiado grandes. Esto es que el proceso analítico está bajo control.

¹⁶³RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, Op. Cit. p. 661.

Gráfica 11. Diagrama de Shewart del Método Fotométrico DFD.



Conclusión final de la validación

La linealidad del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) es aceptable y presenta el modelo $Abs = 0,00396 + 0,29384 \text{ ppm de Cl}_2$ al 95 % de confianza congruente con lo reportado por la bibliografía correspondiente.

El modelo $Abs = 0,00396 + 0,29384 \text{ ppm de Cl}_2$ es exacto, no presenta un sesgo significativamente distinto de cero en un nivel de confianza del 95% y una precisión aceptable cuyo valor es de 0,052 ppm de Cl₂.

El diagrama de Shewart de rangos para el método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) indica que el método bajo las directrices de la presente validación está bajo control. Por lo tanto el método fotométrico DFD (S.M. - 4500-Cl G) se encuentra validado para su utilización en el LCCAPE de empoobando E.S.P.

5.2.3 Validación del Método Volumétrico o de Titulación (S. M. - 2320 B) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P

El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) para la determinación de la alcalinidad total en muestras de agua ofrece la siguiente expresión para la expresión de dicho parámetro:

$$\text{Alcalinidad, mg de CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times N \times 50000}{\text{mL de muestra}} \quad \text{Ec. 36}$$

El valor de la alcalinidad según la anterior expresión va a depender de tres factores: la concentración del ácido, el volumen de muestra titulado y el volumen de ácido usado en la titulación. De este modo, para efectos de este análisis de validación, la señal analítica del método no serán los mL de ácido usados sino el valor resultante que la expresión de alcalinidad ofrece para cada ensayo. El volumen de muestra o patrón usado para la determinación de la alcalinidad en este trabajo fue 15 mL, así que dicho factor es fijo. De esta manera, la señal analítica del método para esta validación es determinada por:

$$\text{Alcalinidad, mg de CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times N \times 50000}{15\text{mL}} \quad \text{Ec. 37}$$

5.2.3.1 Linealidad y rango

5.2.3.1.1 Calibración

La linealidad del método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) se evaluó en tres partes: La verificación de los supuestos necesarios para el análisis de regresión lineal, el análisis de regresión lineal y el análisis de varianza ANOVA.

Tabla 17. Verificación del modelo de regresión del método de titulación con HCl

Tipo de verificación	Estadístico	Valor experimental	Valor crítico
Identificación de valores atípicos	Grubbs ^a	1,43	1,71
	Distancias de Cook	0,14	1,00
Normalidad	AD	0,24	0,75
Homocedasticidad	Bartlett	1,56	12,6

^aGrubbs: Se determinó el valor del estadístico de Grubbs para el conjunto de valores de señal analítica correspondiente a cada nivel de concentración. En esta tabla se presenta el mayor valor de Grubbs.

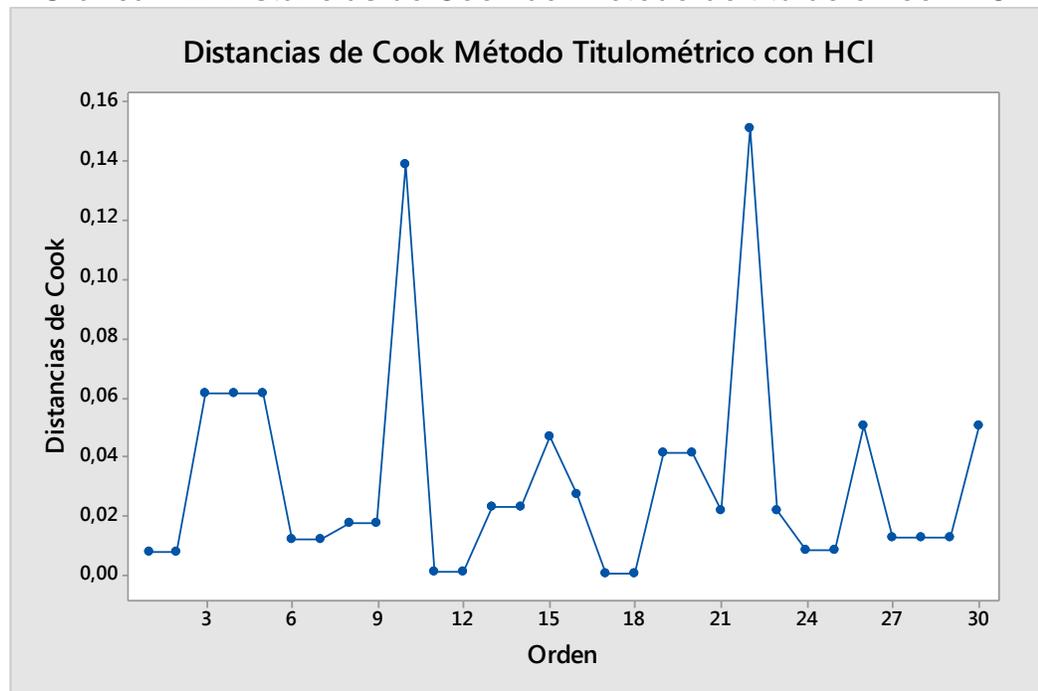
5.2.3.1.1.1 Valores atípicos

Estadístico de Grubbs: En la tabla 17 se muestra que el mayor valor del estadístico de Grubbs que presentan los datos obtenidos experimentalmente para la alcalinidad total es 1,43. Dicho valor es menor que el valor crítico de dicho estadístico 1,71. Este parámetro estadístico indica que la calibración no presentó

datos atípicos entre el conjunto de valores de alcalinidad para cada nivel de concentración evaluado a un nivel de confianza del 95%.

Distancias de Cook: Las distancias de Cook (Gráfica 12) de los datos respecto a la recta de calibrado no presentan valores atípicos superiores a la unidad. Esto indica los valores de alcalinidad total obtenidos experimentalmente no presentan datos atípicos a la recta de calibrado.

Gráfica 12. Distancias de Cook del método de titulación con HCl



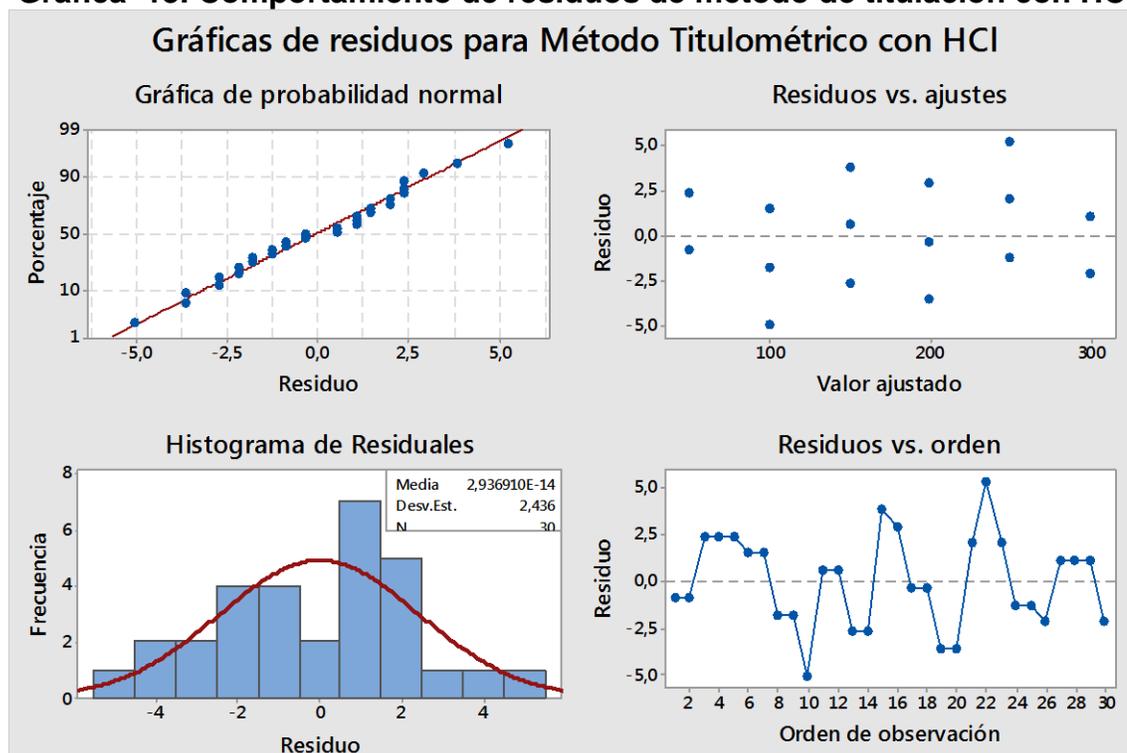
5.2.3.1.1.2 Normalidad

El histograma de residuales (gráfica 13) presenta un comportamiento similar al de una distribución normal, pero se presenta un valor muy alto de frecuencias de residuos en el intervalo de 0,5 a 1,5.

Por tanto se hizo un análisis a través de una gráfica de probabilidad normal y se encontró que todos los puntos se encuentran en los límites de la normalidad.

El valor del estadístico de Anderson- Darling obtenido es 0,24 que frente a un valor crítico de 0,75, sugiere que la distribución de dichos datos es normal a un nivel de confianza del 95%. Además las gráficas de residuos presentan un patrón aleatorio.

Gráfica 13. Comportamiento de residuos de método de titulación con HCl



▪ Homocedasticidad

El valor del estadístico de Bartlett para los datos experimentales no supera el valor crítico de 12,6 (Tabla 17). Esto indica que el método de titulación con HCl (S.M. - 2320 B.) no presenta una variabilidad significativamente distinta a un nivel de confianza del 95% en los resultados de alcalinidad total para cada uno de los niveles de concentración medidos. En conclusión, el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) es homocedástico y el análisis de regresión lineal se puede realizar por el método de los mínimos cuadrados lineales.

5.2.3.1.1.3 Análisis de regresión lineal y de varianza

Los resultados del análisis de regresión lineal se registran en la tabla 18. El coeficiente de relación obtenido tiene el valor aceptable de 0,9996 y la prueba estadística t arroja un valor superior que el valor crítico, lo que sugiere que existe una correlación lineal entre la concentración de los patrones de calibración y la señal analítica alcalinidad total en un nivel de confianza del 95%.

Al establecer la alcalinidad total como la señal analítica, el valor óptimo de la pendiente de la recta de calibración debe ser la unidad y el valor de la ordenada en el origen debe ser cero.

Tabla 18. Análisis de regresión y de varianza de calibración de método de titulación con HCl

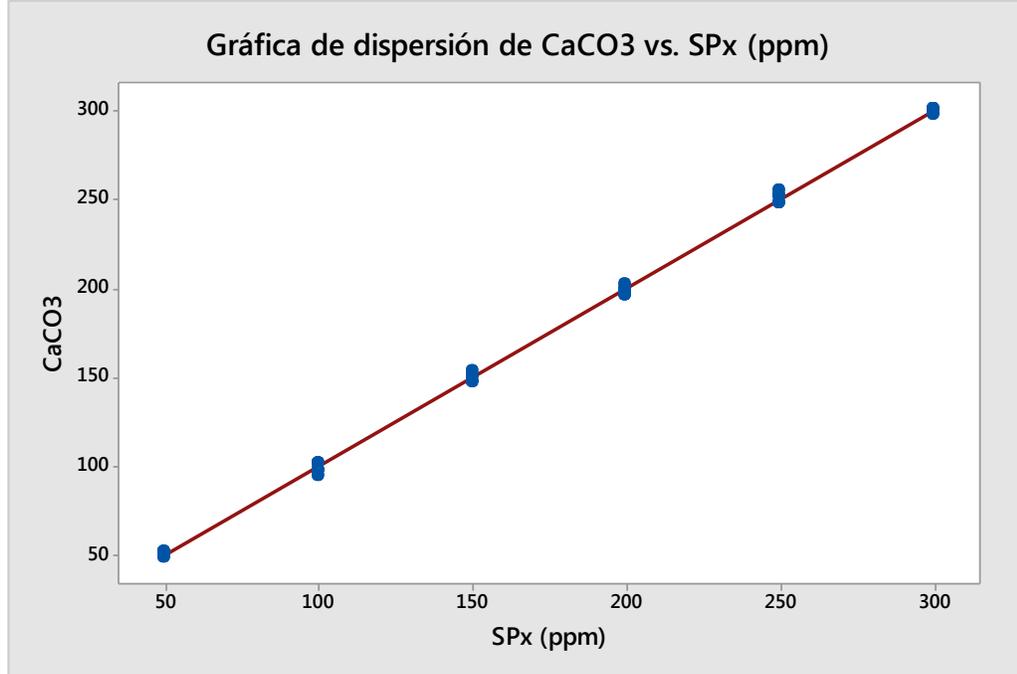
	Parámetro		Desviación estándar	Contraste t	
				Valor exp.	Valor crítico
Análisis de Regresión	Coefficiente de relación	0,9996	----	614,798	2,05
	Pendiente	1,0003	0,0049	205,09	2,05
	Ordenada en el origen	-0,0436	0,9484	0,05	2,05
	Límites de pendiente	0,9998 - 1,0009			
	Límites de ordenada en el origen	(-0,1561 - 0,0690)			
ANOVA	Sensibilidad	F	Fexp	Fcrit	
			35514,62	4,20	

En términos de veracidad del método, la pendiente puede ser un estimado del sesgo proporcional y la ordenada en el origen un estimado del sesgo constante. Sin embargo, dicho análisis se realizará con los resultados de dicho ensayo más adelante. La pendiente de la recta de calibrado tiene un valor adimensional de 1,0003. La prueba t realizada sobre la pendiente proporciona un valor muy superior al valor crítico, así se rechaza la hipótesis nula y se considera que la pendiente es significativamente distinta de cero en un 95% de confianza. El valor cercano a la unidad sugiere que el método proporciona valores veraces de la alcalinidad total y que el indicador de verde bromocresol + rojo de metilo utilizado presenta una buena detección del punto de inflexión del pH.

Los límites de confianza de la pendiente sugieren una baja aleatoriedad del método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B). La ordenada en el origen no es significativamente distinta de cero y sus límites incluyen el cero de la ordenada. Este parámetro es aceptable. Se concluye que los parámetros del modelo de la recta de calibrado son aceptables en un nivel de confianza del 95 % y por tanto el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) presenta una linealidad adecuada.

El análisis de varianza presenta un valor de F para la regresión lineal de 35514,62, muy superior al valor crítico de 4,20. O sea que la variación de la señal analítica debida a los niveles de concentración es 35.515 veces la variación de los errores aleatorios. La señal analítica es significativamente diferente a cada nivel de concentración a un 95% de confianza. Esto es que el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) es sensible a la concentración de carbonato de sodio y por tanto es sensible a la concentración de alcalinidad total.

Gráfica 14. Recta de calibrado de método de titulación con HCl



5.2.3.1.1.4 Número de determinaciones

En este trabajo, se le denomina determinación al proceso de extracción de una alícuota de 15 mL de la muestra y su titulación con ácido en uso del indicador verde de bromocresol + rojo de metilo.

Tabla 19. Número de determinaciones de método de titulación con HCl

N	ϕ^2	ϕ	Ni(N-1)	β	Potencia
1	0,97	0,98	0	No opera	-
2	1,93	1,39	6	0,60	0,40
3	2,90	1,70	12	0,30	0,70
4	3,86	1,97	18	0,10	0,90
5	4,83	2,20	24	0,03	0,97
6	5,80	2,41	30	No opera	-

El número de determinaciones necesario para la medición de alcalinidad total se estimó con la función ϕ^2 y las curvas de operación característica. Se concluyó (Tabla 19) que un número de cinco determinaciones ofrece una potencia estadística adecuada para la medición de alcalinidad.

Para la determinación de alcalinidad total en muestras de agua potable en el LCCAPE, se debe realizar cinco determinaciones o titulaciones.

5.2.3.1.2 Efecto general de la matriz

Para cada una de las rectas obtenidas, los valores de los estadísticos de Grubbs, Anderson-Darling, Bartlett y las distancias de Cook fueron aceptables. Se realizó el análisis de varianza de cada una de las rectas para obtener la suma de cuadrados total y se calculó el estadístico de Chow cuyo valor fue 0,0007, muy menor al valor crítico a un nivel de confianza del 95%.

No se evidencia un cambio en los parámetros de la calibración debido a la matriz de agua potable del LCCAPE y por tanto se presenta una saturación del efecto interactivo. El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) es aplicable para la determinación de alcalinidad en muestras reales de rutina del LCCAPE.

Tabla 20. Test de Chow del efecto de matriz en método de titulación con HCl

Estadístico	Valor crítico	Calibración	Efecto 1	Efecto 2	Efecto 3
Grubbs	1,67	1,43	1,43	1,64	1,57
Distancias de Cook	1,00	0,14	0,21	0,13	0,22
AD	0,75	0,24	0,25	0,34	0,23
Bartlett	12,60	1,56	1,62	4,47	4,24
Suma de cuadrados total individual		218449	219394	218180	222133
Sumatoria de la suma de cuadrados individual		878156,0			
Suma de cuadrados combinada		878198,0			
F		Fexp	0,000701	Fcrit	2,520000

No se evidencia un efecto significativo de interferentes por parte de la matriz. El punto final de las titulaciones se detecta con un indicador por lo que el posible efecto de jabones o materiales suspendidos que hubiese en la muestra no se tiene en cuenta porque estos afectan el punto final indicado por un potenciómetro.

5.2.3.1.3 Límite de detección

El límite de detección se estableció en 3,9 ppm de carbonato de calcio. Sin embargo, el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) tiene una variación con muestras de alcalinidad total menor a 20 ppm que consiste en parar la titulación a pH=4,7 y adicionar lentamente titulante para disminuir el pH en 0,3 unidades.

Sin embargo, las muestras de agua potable de LCCAPE debido al efluente alimentador de la planta de tratamiento, no presentan valores de alcalinidad tan bajos y por eso se decidió validar el método entre 50 y 300 ppm. La concentración de las soluciones evaluadas en este ensayo fue de 50 ppm, la desviación estándar tiene un valor de 1,3 ppm.

Los límites de confianza a un 99,7% de confianza son 47 – 51 ppm. Una señal analítica inferior a 47 ppm se podría considerar fuera del intervalo de validación y por debajo de ese valor la trazabilidad del método no ha sido evaluada, y solo se podría asegurar que dicha concentración es menor a 50 ppm. Por tanto, el límite de detección propuesto es 47 ppm.

5.2.3.2 Exactitud

5.2.3.2.1 Veracidad

- Sesgo proporcional

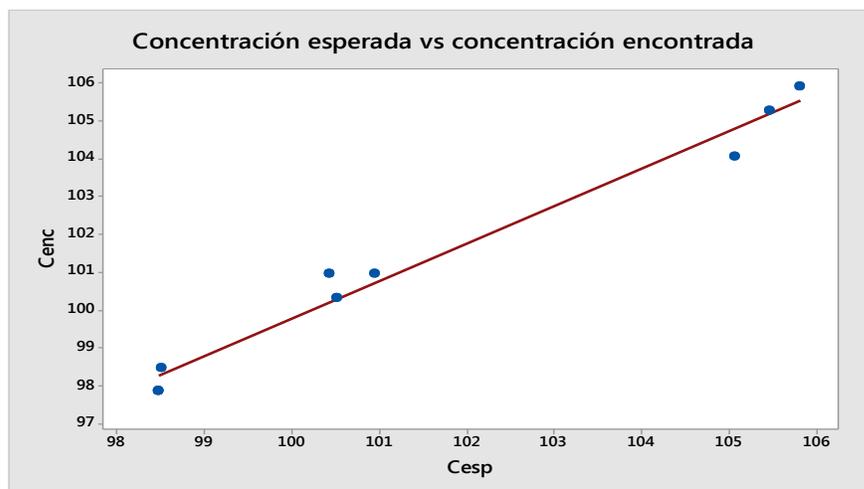
A partir del método de adiciones estándar se estimó el sesgo proporcional del método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B). Para ello se realizó dicho procedimiento con tres muestras. En ninguno de los casos (Tabla 21), el valor del estadístico t de la pendiente de dichas rectas de adición estándar fue mayor que el valor crítico establecido para cada recta. El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) no presenta un sesgo significativo al 95 % de confianza.

Tabla 21. Sesgo proporcional de método de titulación con HCl

M	M _x (ppm)	B o R	t _{exp}	t _{crit}
M1	98	0,99	0,010	0,012
		0,99	0,008	0,010
		1,00	0,005	0,010
M2	101	1,01	0,010	0,012
		1,00	0,001	0,012
		1,01	0,010	0,013
M3	105	0,00	0,003	0,012
		0,01	0,007	0,024
		0,01	0,010	0,016

- Sesgo constante

Gráfica 15. Recta de Youden del método de titulación con HCl



A partir del método de Youden (gráfico 15), se obtuvo el valor del sesgo constante de 0,45 ppm, mucho menor que el valor crítico de 7,44. El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) no presenta un sesgo constante significativamente distinto de cero.

El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) no presenta sesgos significativos en el intervalo de validación. Por tanto, se puede considerar que el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) aplicado en LCCAPE es veraz.

5.2.3.2.2 Precisión

- Repetibilidad

La repetibilidad se evaluó con el coeficiente de variación, cuyos valores para todos los casos fueron menores que los valores límite del coeficiente de variación reportados¹⁶⁴ para las concentraciones manejadas (Tabla 22).

La repetibilidad tiene un valor aportante a la precisión global de 1,69 ppm de CaCO₃. El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) presenta una precisión aceptable en condiciones de repetibilidad tanto instrumental como en el análisis de muestras reales del LCCAPE.

Tabla 22. Repetibilidad del método de titulación con HCl

CRITERIO	M (ppm de CaCO ₃)	Rep	N	ppm de CaCO ₃	s	CV _{met}	CV _{lim}
Repetibilidad instrumental	200	6	5	200	2	0,79	5,3
Repetibilidad del	M1	3	5	89	1	1,64	7,3

¹⁶⁴AEFI. Op. Cit. p. 83

método	M2	3	5	103	2	1,69	5,3
	M3	3	5	111	1	1,32	5,3

- Precisión Intermedia

El análisis de varianza multifactorial del ensayo de precisión intermedia brinda información sobre la reproducibilidad del método a nivel intra laboratorio (tabla 23). Los valores de F para cada uno de los factores evaluados no superan los valores críticos. Esto indica que no existe una variabilidad significativa sobre la señal analítica alcalinidad total al cambiar de analista o de instrumento, y tampoco hay una variación al medir una muestra en una serie de tres días.

La variación respecto a las repeticiones es un estimado de la repetibilidad del método que tampoco es significativa. Se puede concluir que la reproducibilidad de los resultados de alcalinidad total que se obtienen a través del método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) en el LCCAPE es aceptable.

Tabla 23. Precisión Intermedia de método de titulación con HCl

Análisis de varianza del diseño anidado para determinar precisión intermedia					
Fuente	SC	G.L	CM	Fexp	Fcrít
Analista	2,48	1	2,48	0,58	4,41
día	11,99	1	11,99	2,81	4,41
instrumento	2,48	1	2,48	0,58	4,41
Repetición	4,51	2	2,25	0,53	3,55
Residual	76,81	18	4,27		
total	98,26	23	Precisión intermedia: 2 ppm de CaCO ₃		

El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) proporciona resultados repetibles y reproducibles en las condiciones del LCCAPE en la medición de alcalinidad total y se lo puede considerar preciso.

- Precisión global

La precisión global que estima la variabilidad tanto en condiciones de repetibilidad como de precisión de proceso a proceso analítico o reproducibilidad intermedia para el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) es de $2,23 \cong 2$ ppm de CaCO₃.

5.2.3.3 Cálculo de la alcalinidad total de una muestra y su incertidumbre

La relación matemática que describe la función del proceso de medición es:

$$\text{Alcalinidad, mg de CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times N \times 50000}{V_{\text{muestra}}}$$

Ec. 38

Donde A son los mL de ácido usados en la titulación y N es la normalidad del ácido. La constante 50000 es el factor estequiométrico para expresar la alcalinidad en ppm de carbonato de calcio. De esta manera se calcula la alcalinidad total de una muestra. En base a lo expuesto por Maroto¹⁶⁵, se puede establecer los componentes de la incertidumbre a partir de la verificación de la trazabilidad realizada en la validación del método analítico. En estos términos, la incertidumbre de la medición asociada al resultado del método de titulación con HCl depende del término de precisión global, la desviación estándar del sesgo proporcional y el sesgo proporcional.

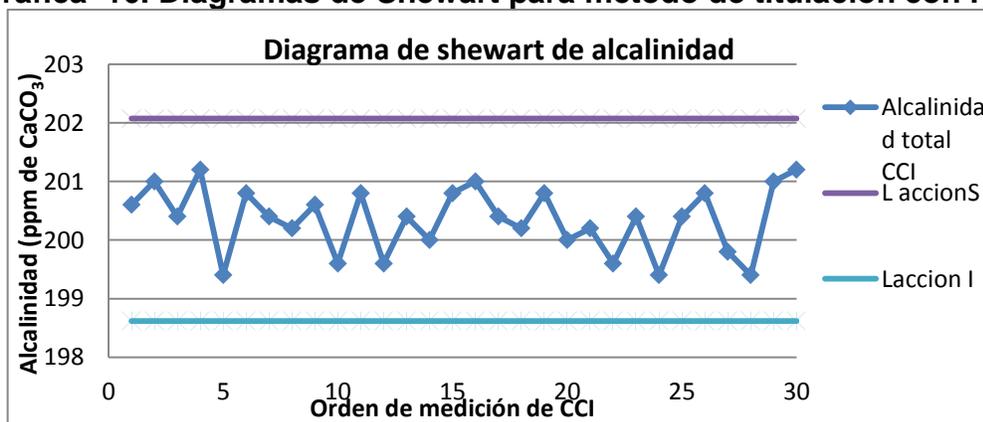
Tabla 24. Componentes de la incertidumbre en el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B)

Componente	ppm de CaCO ₃
Precisión Intermedia	2,23
Veracidad	0,45
Incertidumbre del Sesgo	3,16
Incertidumbre combinada	3,89
Incertidumbre expandida	7,79

La incertidumbre combinada del método de titulación con HCl para determinar alcalinidad en muestras de agua potable en LCCAPE es de 3,89 ppm de CaCO₃.

5.2.3.4 Control de calidad

Gráfica 16. Diagramas de Shewart para método de titulación con HCl



¹⁶⁵MAROTO, A. Op. Cit. p. 189

El diagrama de shewart de los resultados de la evaluación del patrón de control de calidad interno sugiere que el método en LCCAPE está proporcionando valores de alcalinidad total dentro de los límites de confianza establecidos según la precisión del método.

El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) se encuentra bajo control en las condiciones de LCCAPE.

Conclusión final de la validación

El método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) presenta una linealidad aceptable en un intervalo de confianza del 95%. Se propone que el límite de detección sea 47 ppm de carbonato de calcio.

La exactitud del método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) es aceptable ya que no presenta sesgo significativo y la precisión global intra laboratorio es adecuada para el intervalo de concentración validado. El gráfico de control de Shewart indica que el método proporciona resultados adecuados y se encuentra bajo control. La incertidumbre combinada encontrada en el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) se encuentra en el rango sugerido por el Manual de Métodos Estandarizados para el análisis de aguas. Por tanto, el método de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) se encuentra validado internamente en el LCCAPE para el análisis de muestras de agua potable.

5.2.4 Validación del Método de Titulación con EDTA (S. M. - 2340 C) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P

La dureza se define como la cantidad de carbonato de calcio equivalente a todos los cationes multivalentes presentes en la muestra. El procedimiento de titulación tiene como objetivo cuantificar los equivalentes de todos los cationes multivalentes presentes en la muestra. En agua potable las concentraciones de iones calcio y magnesio siempre son mayores que las de otros cationes. En consecuencia, en esta validación se usó como patrón el carbonato de calcio.

El método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B.) para la determinación de dureza total en muestras de agua potable ofrece la siguiente expresión para dicho parámetro:

$$\text{Dureza (EDTA), mg de CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times B \times 100087}{\text{mL de muestra}} \quad \text{Ec. 39}$$

Donde A son los mL de solución de EDTA usados en la titulación y N es la normalidad del EDTA. La constante 100087 es el factor estequiométrico para expresar la dureza en ppm de carbonato de calcio.

La dureza total depende de tres factores: concentración de EDTA, (B); mL de EDTA usados en la titulación de la muestra, (A); y los mL de la muestra titulada. La cantidad de muestra o patrón para la determinación de dureza se fijó en 15 mL. De esta forma la Ec. 41 es:

$$\text{Dureza (EDTA), } mg \text{ de } \frac{CaCO_3}{L} = A \times B \times 6672 \quad \text{Ec. 40}$$

En este trabajo, la dureza calculada de Ec.42 se usó como señal analítica de las soluciones o muestras para evaluar los criterios de desempeño del método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B).

5.2.4.1 Linealidad y Rango

5.2.4.1.1 Calibración

Tabla 25. Verificación del modelo de titulación con EDTA (S. M. - 2340 C)

Tipo de verificación	Estadístico	Valor Experimental	Valor crítico
Identificación de valores atípicos	Grubbs ^a	1,63	1,71
	Distancias de Cook	0,19	1,00
Normalidad	AD	0,24	0,75
Homocedasticidad	Bartlett	1,81	5,35

^aGrubbs: Se determinó el valor del estadístico de Grubbs para el conjunto de valores de señal analítica correspondiente a cada nivel de concentración. En esta tabla se presenta el mayor valor de Grubbs.

▪ Valores atípicos

Estadístico de Grubbs: El mayor valor del estadístico de Grubbs (Tabla 25) para los valores de dureza a cada nivel de concentración es 1,63, menor que el valor crítico de 1,71 para n= 5 y α=0,05. Se acepta la hipótesis nula. Los valores de dureza no son atípicos de una distribución normal en un nivel de confianza del 95%.

Distancias de Cook: El mayor valor de las distancias de Cook de cada uno de los puntos de la recta de calibración es 0,19. El gráfico 17 no presenta una distancia superior a la unidad para los puntos de la recta de calibrado. La recta de calibrado no presenta datos anómalos.

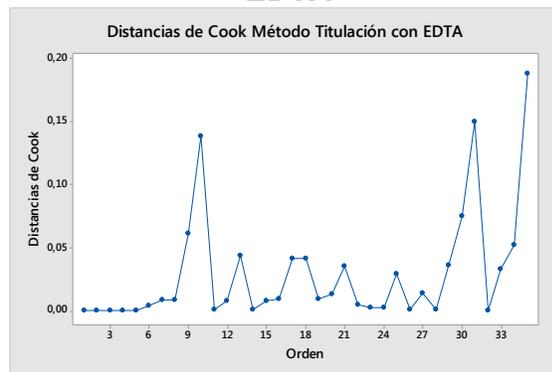
▪ Normalidad

El histograma de residuales (Gráfica 18) indica una distribución normal de los residuales. La gráfica de probabilidad normal indica que todos los residuos se encuentran en los límites de la normalidad.

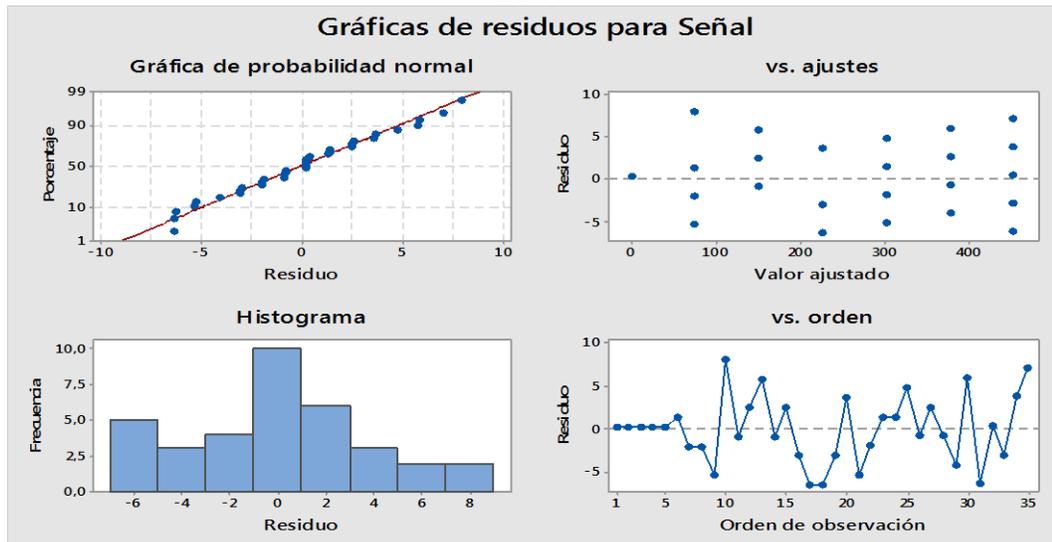
El estadístico de Anderson-Darling es mucho menor que el valor crítico, por tanto la distribución de los residuales no es significativamente distinta de una distribución normal en un 95 % de confianza.

Las gráficas de residuos indican un comportamiento aleatorio de los mismos, aunque los primeros puntos de la gráfica de residuos vs orden muestran un patrón, esto se debe a que dichos residuales son correspondientes a las durezas de cero medidas sobre el patrón, sin embargo los demás residuales presentan un buen comportamiento.

Gráfica 17. Distancias de Cook de calibración de modelo de titulación con EDTA



Gráfica 18. Comportamiento de residuales del modelo de titulación con EDTA



- Homocedasticidad

Según el estadístico de Bartlett (Tabla 25) obtenido para la recta de calibrado, menor que el valor crítico, la variabilidad de la dureza con respecto a la

concentración es constante en el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) y se cumple con la condición de homocedasticidad.

Se concluye que el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) proporciona datos que estadísticamente pertenecen a una población normal. Al tener en cuenta lo anterior se puede realizar el análisis de regresión lineal y de varianza.

5.2.4.1.1.1 Análisis de regresión

Tabla 26. Análisis de regresión y de varianza de calibrado de modelo de titulación con EDTA

	Parámetro		Desviación estándar	Contraste t	
				Valor exp.	Valor crítico
Análisis de Regresión	Coefficiente de relación	0,9995	----	183,11	2,03
	Pendiente	1,0075	0,0040	249,00	2,03
	Ordenada en el origen	-0,1906	1,0963	0,00	2,03
	Límites de pendiente		1,006 - 1,009		
	Límites de ordenada en el origen		-0,567 - 0,186		
	Recta de calibrado		Ver Gráfico N°		
	ANOVA	Sensibilidad		Fexp	Fcrit
53553,59				4,17	

El análisis de regresión se presenta en la tabla 26. El coeficiente de relación obtenido en la recta de calibrado es 0,9995 y la prueba estadística t sobre dicho valor confirma una relación lineal positiva entre los valores dureza y la concentración de carbonato de calcio en los patrones. El valor de la pendiente de la recta de calibrado 1,0075 es aceptable. Debido a que el blanco no tenía una concentración inicial del analito, la señal analítica es la dureza en ppm de carbonato de calcio y la concentración de los patrones se establece en las mismas unidades, el valor de esta pendiente nos informa sobre la veracidad del método que en este caso sería aceptable por ser aproximadamente igual a la unidad.

El contraste t para el valor de la pendiente nos indica que la pendiente es significativamente distinta de cero a un 95% de confianza. Las variaciones en la pendiente señaladas por sus límites de confianza indican son pequeñas respecto al valor predicho por la recta de calibrado.

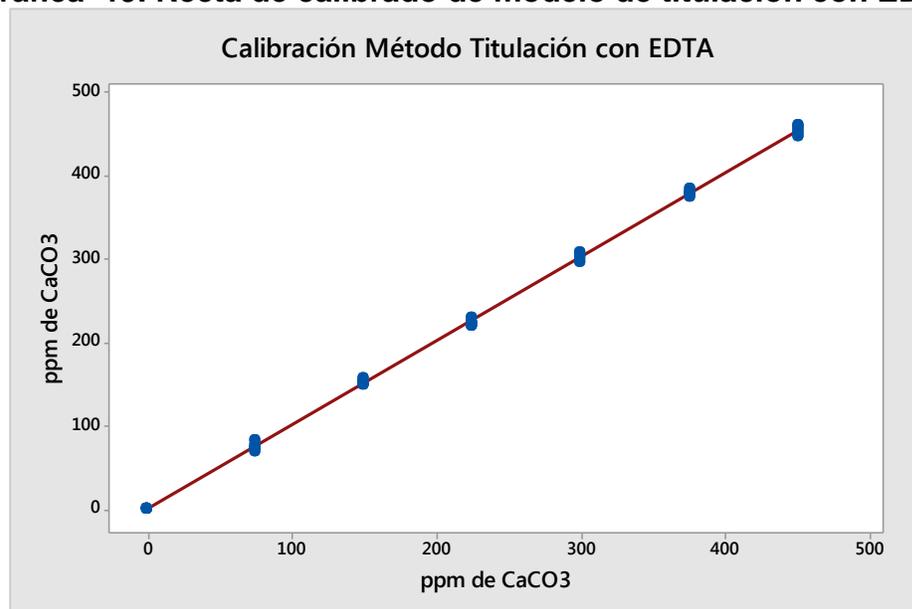
Los límites de la ordenada en el origen de la recta de calibrado incluyen el cero de la ordenada y el contraste t de la ordenada en el origen indica que no es

significativamente distinto de cero al 95 % de confianza, por lo que este parámetro es aceptable.

El análisis de varianza proporciona un valor de F mucho mayor que el valor crítico y demuestra que la señal analítica dureza se debe a los incrementos de la concentración en los patrones de calibración y que los errores aleatorios de dichas mediciones no son significativos a un 95% de confianza. La variación de la señal analítica de dureza total debida a errores aleatorios es muy inferior a la variación debida al incremento en la concentración de iones calcio en los patrones de calibración.

Se puede concluir que el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) es sensible a la concentración de carbonato de calcio.

Gráfica 19. Recta de calibrado de modelo de titulación con EDTA



5.2.4.1.1.2 Número de determinaciones

En este trabajo se denomina determinación a una titulación de 15 mL de muestra con EDTA.

Se calculó el efecto de las determinaciones sobre el valor de dureza y con ayuda de las curvas de operación característica se estableció el número de determinaciones o titulaciones necesarias de una muestra para obtener una potencia estadística adecuada.

Dicho valor fue de 5 determinaciones para obtener una potencia de 0,96 (tabla 27).

Tabla 27. Número determinaciones para modelo de titulación con EDTA

N	ϕ^2	ϕ	Ni(N-1)	β	Potencia
1	0,86	0,93	0	No opera	-
2	1,71	1,31	7	0,700	0,30
3	2,57	1,60	14	0,200	0,80
4	3,43	1,85	21	0,100	0,90
5	4,29	2,07	28	0,040	0,96
6	5,14	2,27	35	No opera	-
7	6,00	2,45	42	No opera	-

5.2.4.1.2 Efecto general de la matriz

Los estadísticos de Grubbs, Anderson-Darling y Bartlett son aceptables en los tres casos y se demuestra que dichas rectas presentan homocedasticidad, valores que provienen de una distribución normal y no presentan datos atípicos.

Tabla 28. Análisis estadístico del efecto de la matriz de modelo de titulación con EDTA

Estadístico	Valor crítico	Calibración	Efecto 1	Efecto 2	Efecto 3
Grubbs	1,67	1,63	1,13	1,43	1,57
Distancias de Cook	1,00	0,19	0,13	0,22	0,18
AD	0,75	0,24	0,53	0,33	0,47
Bartlett	12,60	1,81	4,47	2,95	2,25
Suma de cuadrados total individual		799883	488162	493967	491269
Sumatoria de la suma de cuadrados individual			2273281		
Suma de cuadrados combinada			2305830		
F		Fexp	0,22	Fcrit	2,17

A partir de la suma de cuadrados de cada regresión (de calibración, a media, a baja y a alta concentración) se calculó el estadístico de Chow el cual fue menor al valor crítico y demuestra que la matriz no afecta la señal analítica de dureza en un nivel de confianza del 95%. Por tanto, el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) es aplicable para la medición de dureza en muestras de agua potable del LCCAPE. Esta evidencia del efecto no significativo de los interferentes por parte de la matriz coincide con la caracterización fisicoquímica y microbiológica de las aguas crudas del río blanco realizada por EMPOOBANDO (para efectos de concesión de aguas, copia en ANEXO F) en la cual se reporta que la concentración de fosfatos está por debajo del límite de detección y no se causaría un efecto por parte de este interferente.

5.2.4.1.3 Límite de detección

La desviación estándar de los valores de dureza medidos en los 6 patrones de 75 ppm de CaCO_3 es 3 ppm de CaCO_3 . El límite de detección es 8 ppm. El intervalo de medición del método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) es de 8 – 450 ppm de carbonato de calcio.

Se concluye que el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) presenta una linealidad aceptable a un 95 % de confianza, es homocedástico y tiene un intervalo de trabajo de 8 – 450 ppm de ppm de CaCO_3 para la medición de muestras de agua potable en LCCAPE.

5.2.4.2 Exactitud

5.2.4.2.1 Veracidad

- Sesgo proporcional

Para evaluar el sesgo proporcional del método, se realizó el procedimiento de adiciones estándar en uso de muestras reales del LCCAPE por triplicado. Se calculó el valor de la pendiente de cada recta de adición estándar que es un estimado de la recuperación y se aplicó el contraste t de la ecuación 20 (Tabla 29), se encontró que el sesgo proporcional del método no es significativamente distinto de cero en ninguno de los casos a un 95% de confianza.

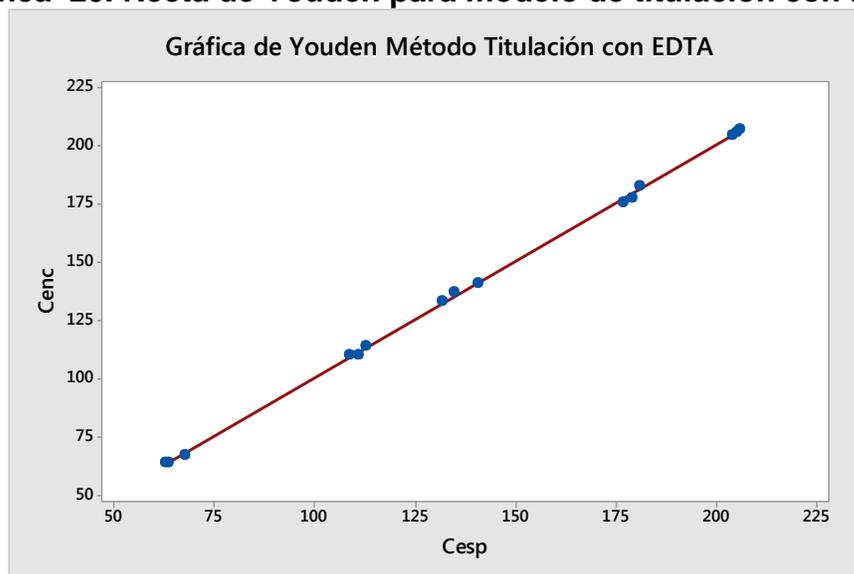
Tabla 29. Sesgo proporcional de modelo de titulación con EDTA

M	M_x (ppm)	B o R	t_{exp}	t_{crit}
M1	65	1,02	0,016	0,065
		0,99	0,006	0,059
		0,97	0,027	0,064
M2	111	0,94	0,063	0,085
		0,99	0,008	0,056
		0,99	0,011	0,069
M3	136	0,94	0,063	0,094
		1,00	0,001	0,059
		0,99	0,014	0,078
M4	179	0,99	0,013	0,088
		1,01	0,010	0,091
		1,05	0,049	0,075
M5	205	1,04	0,042	0,070
		1,01	0,005	0,061
		0,96	0,036	0,089

- Sesgo constante

A partir de la construcción de la recta de Youden (gráfica 20), se evaluó el sesgo constante del método cuyo valor fue de 0,215. El valor crítico de dicho parámetro es de 4,96. Dicho valor indica que el sesgo no es significativo en un 95% de confianza.

Gráfica 20. Recta de Youden para modelo de titulación con EDTA



El medición del método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) presenta sesgos proporcional y constante que no son significativamente distintos de cero. Este criterio aceptable demuestra que el método es veraz en la determinación de dureza en muestras reales en LCCAPE.

5.2.4.2.2 Precisión

- Repetibilidad

Los coeficientes de variación se muestran en la tabla 30. En ninguno de los casos el CV fue superior a los límites establecidos por la literatura¹⁶⁶ para dichos niveles de concentración. Se demuestra que el método es repetible o que su precisión es aceptable en condiciones de repetibilidad cuyo valor aportante a la precisión global es 1,33 ppm de CaCO₃.

Tabla 30. Repetibilidad de modelo de titulación con EDTA

CRITERIO	M (ppm de CaCO ₃)	Rep	N	ppm de CaCO ₃	s	CV	CV _{lím}
Repetibilidad	300	6	5	300	1,15	0,38	3,7

¹⁶⁶AEFI. Op. Cit. p. 83

instrumental							
Repetibilidad del método	M1	3	5	85	1,47	2,6	5,3
	M2	3	5	161	1,75	1,3	3,7
	M3	3	5	191	2,20	1,1	3,7

- Precisión intermedia

El análisis de varianza multifactorial (tabla 31) de la precisión intermedia demuestra que el efecto de los factores analista, día o instrumento no es significativo en un nivel de confianza del 95 %. Al cambiar de analista, de instrumento o al realizar el ensayo en un día diferente el valor de la dureza medido por el método no varía significativamente, lo que se concibe como una buena reproducibilidad interna del LCCAPE frente al método validado. Dicha precisión intermedia tiene un valor de 2,11 ppm.

Tabla 31. Análisis de varianza multifactorial de precisión intermedia de modelo de titulación con EDTA

Análisis de varianza del diseño anidado para determinar precisión intermedia					
Fuente	SC	G.L	CM	Fexp	Fcrít
Analista	3,8	1	3,8	0,88	4,4
día	12,6	1	12,6	2,88	4,4
instrumento	2,6	1	2,6	0,59	4,4
Repetición	4,4	2	2,2	0,51	3,6
Residual	78,6	18	4,4		
total	102,1	23	Precisión intermedia: 2 ppm de CaCO ₃		

Lo anterior demuestra que el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) es un método exacto con respecto a la veracidad y la precisión, pues no presenta sesgo significativo y la precisión es aceptable en el análisis de dureza de muestras de agua potable en LCCAPE.

- Calculo de la precisión global

La precisión global del método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B) es 3 ppm de Carbonato de Calcio.

5.2.4.3 Cálculo de la dureza de una muestra y su incertidumbre

El método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B.) para la determinación de dureza total en muestras de agua potable ofrece la siguiente expresión:

$$Dureza (EDTA), \quad mg \text{ de } CaCO_3/L = \frac{A \times B \times 100087}{mL \text{ de muestra}} \quad \text{Ec. 41}$$

La incertidumbre asociada a la medición de dureza se determina con los valores obtenidos en la validación.

Tabla 32. Componentes de la incertidumbre en el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B.)

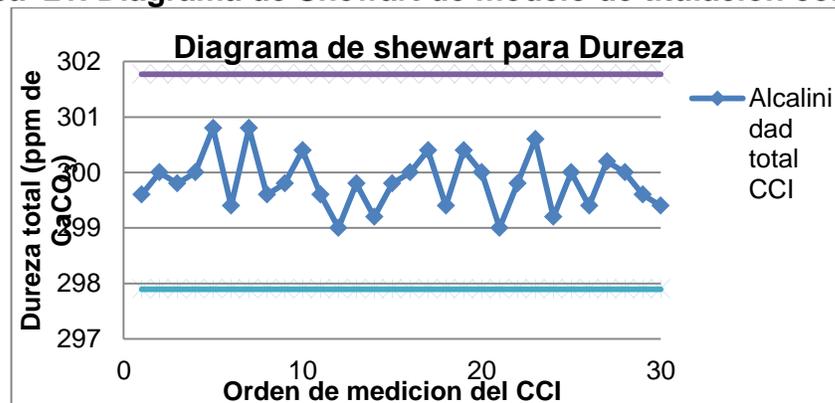
Componentes	ppm de CaCO ₃
Precisión	2,50
Veracidad	0,22
Incertidumbre del sesgo	2,30
Incertidumbre combinada	3,40
Incertidumbre total	6,80

La incertidumbre combinada del método de titulación con EDTA para determinar dureza en muestras de agua potable en LCCAPE es de 4 ppm de CaCO₃.

5.2.4.4 Control de Calidad

El diagrama de Shewart de los 30 datos experimentales de dureza del método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B.) demuestran que proporciona resultados para análisis de rutina que no tienen tendencias dependientes del tiempo que sean significativas y que sus errores aleatorios en las medidas no son demasiado grandes. Esto es que el proceso analítico está bajo control.

Gráfica 21. Diagrama de Shewart de modelo de titulación con EDTA



Conclusión final de la validación

El método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B.) presenta una linealidad aceptable en un intervalo de confianza del 95%. El intervalo de trabajo del método es 8 – 450 ppm de carbonato de calcio para la medición de muestras de agua potable en LCCAPE . La exactitud del método de titulación con EDTA

(Standard Methods - 2340 B.) es aceptable ya que no presenta sesgo significativo y la precisión global intra laboratorio es adecuada para el intervalo de concentración validado. El gráfico de control de Shewart indica que el método proporciona resultados adecuados y se encuentra bajo control. Por tanto, el método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B.) se encuentra validado en el LCCAPE para el análisis de dureza en muestras de agua potable.

5.3 SISTEMA DE VALIDACIÓN DE RESULTADOS OBTENIDOS EN EL LABORATORIO A TRAVÉS DE PICCAP.

La comparación inter-laboratorio comprendió tres ensayos de competencia, cada uno con dos materiales de ensayo para cada parámetro fisicoquímico. Cada una de esas muestras fue analizada por los métodos validados en el presente trabajo. Los valores de Z- score para los métodos nefelométrico y fotométrico DFD son aceptables.

Tabla 33. Comparación Inter-laboratorio PICCAP. Resultados del 1^{er} ensayo de competencia

#PICCAP	PICCAP 1									
Parámetro	M	Resultado LCCAPE				PICCAP			Z-Score	
		Resultado	Min	Max	U	Resultado	Intervalo	U	Valor	Valoración
Turbidez	1	2,01	1,98	2,04	0,02	2,06	1,66-2,46	0,20	0,25	S
	2	1,03	1,00	1,06	0,02	1,06	0,80-1,32	0,13	0,23	S
Cloro residual	1	5,12	5,04	5,20	0,03	5,09	3,53-6,65	0,78	0,04	S
	2	4,35	4,27	4,43	0,03	4,24	3,18-5,30	0,53	0,21	S
Alcalinidad	1	186	184	188	2	186	173-199	6	0,00	S
	2	190	188	192	2	202	187-217	7	1,62	S
Dureza	1	82	80	84	2	74	68-80	3	2,58	C
	2	95	93	97	2	78	72-84	3	5,48	I

Los ensayos de dureza de PICCAP 1 presentan un valor de Z- score no aceptable. Esta diferencia significativa entre el resultado de LCCAPE y el resultado PICCAP, es atribuida a un error graso que consistió en la calcinación inadecuada del patrón de carbonato de calcio. El carbonato de calcio al no estar deshumidificado, registró una mayor masa y por ende, la valoración del EDTA constituyó un error porque dicha solución se tituló con un valor mayor de eq/L; al titular la muestra se obtuvo un mayor valor de dureza y se erró en el ensayo. Dicho error graso fue corregido y se implementó una mejora en el procedimiento de calcinación de carbonato de calcio.

Los demás ensayos de competencia presentan valores de Z score adecuados y se considera que los métodos bajo ensayo de competencia están proporcionando resultados confiables.

Tabla 34. Comparación Inter-laboratorio PICCAP. Resultados del 2^{do} ensayo de competencia.

#PICCAP		PICCAP 2								
Parámetro	M	Resultado LCCAPE				PICCAP			Z-Score	
		Resultado	Intervalo		U	Resultado	Intervalo	U	Valor	Valoración
Turbidez	1	1,80	1,77	1,83	0,02	1,60	1,26-1,94	0,17	1,18	S
	2	1,20	1,17	1,23	0,02	1,04	0,79-1,29	0,13	1,26	S
Cloro residual	1	2,88	2,80	2,96	0,03	3,08	2,46-3,70	0,31	0,65	S
	2	2,30	2,22	2,38	0,03	2,44	1,91-2,97	0,26	0,53	S
Alcalinidad	1	130	128	132	2	110,00	100-120	4,80	4,16	I
	2	189	187	191	2	157,00	145-169	5,90	5,42	I
Dureza	1	26	24	28	2	29,00	25-33	1,80	1,67	S
	2	19	17	21	2	21,00	17-25	1,80	1,11	S

Los ensayos de alcalinidad de PICCAP 2 presentaron una desviación en el valor de Z-Score, que se atribuye a un error grueso por parte del LCCAPE que consistió en usar carbonato de sodio sin calcinar. Se corrigió dicho error y estableció un procedimiento más adecuado para la estandarización de HCl con dicho patrón.

Los demás resultados proporcionan valores de Z-score adecuados y esto verifica la trazabilidad de las mediciones realizadas por los métodos bajo comparación interlaboratorio.

Tabla 35. Comparación Inter-laboratorio PICCAP. Resultados del 3^o ensayo de competencia.

#PICCAP		PICCAP 3								
Parámetro	M	Resultado LCCAPE				PICCAP			Z-Score	
		Resultado	Intervalo		U	Resultado	Intervalo	U	Valor	Valoración
Turbidez	1	0,88	0,85	0,91	0,02	0,72	0,46-0,98	0,18	1,21	S
	2	1,28	1,25	1,31	0,02	1,06	0,80-1,32	0,19	1,71	S
Cloro residual	1	1,66	1,58	1,74	0,03	1,84	1,51-2,17	0,07	1,08	S
	2	0,93	0,85	1,01	0,03	1,10	0,89-1,33	0,30	1,50	S
Alcalinidad	1	111	109	113	2	110	103-117	5	0,21	S
	2	161	159	163	2	157	147-167	6	0,65	S
Dureza	1	53	51	55	2	51	47-55	3	0,69	S
	2	82	80	84	2	81	75-87	3	0,32	S

La tabla 35 muestra los Z-score de cada uno de los métodos y todos son inferiores a 2 lo que indica que todos los métodos proporcionan resultados confiables y que su variabilidad es adecuada. La trazabilidad de los resultados experimentales proporcionados por los cuatro métodos es adecuada. Los ensayos de

competencia bajo PICCAPE son satisfactorios en el LCCAPE. De esta forma se confirma a nivel interlaboratorio el buen comportamiento y calidad de los métodos validados.

CONCLUSIONES

El grado de cumplimiento de los requerimientos de la NTC ISO/IEC 17025 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” dentro del LCCAPE es del 21%. El resultado de este trabajo fue haber diseñado y documentado un sistema de gestión bajo dicha norma para que el LCCAPE incremente su nivel de cumplimiento y se embarque en un proceso de acreditación. La socialización de dichos resultados incrementa la capacitación del personal del LCCAPE en el manejo de su propio sistema de gestión y mejora las condiciones técnicas del LCCAPE para el buen funcionamiento de las acciones que lleva a cabo.

El método nefelométrico (S.M. - 2130B) para determinación de turbidez, el método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CL G) para determinación de cloro residual, el método volumétrico o de titulación con HCl (S. M. - 2320 B) para determinación de alcalinidad total y el método de titulación con EDTA (S. M. - 2340 C) para determinación de dureza total, presentan un comportamiento lineal y homocedástico en el análisis de sus correspondientes parámetros fisicoquímicos.

Además, se evidencia que dichos métodos presentan una saturación del efecto interactivo en el análisis de muestras reales de agua potable en LCCAPE y son aplicables a dicha matriz de agua potable en un 95% de confianza. Los métodos descritos proporcionan datos exactos en términos de veracidad sin sesgos significativos en un 95% de confianza y en términos de precisión demuestran un comportamiento similar al reportado para dichos métodos en el análisis de agua potable. Los métodos descritos se encuentran bajo control de calidad y proporcionan resultados cuya aleatoriedad se mantiene y no se desvían de los límites de control establecidos por la validación.

Todo lo anterior deriva en la aceptación de la validación interna de los métodos descritos para el análisis de muestras de agua potable del Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable de EMPOOBANDO E.S.P. Los ensayos de competencia de las comparaciones interlaboratorio realizadas en este trabajo bajo el programa PICCAP, confirman que los métodos se encuentran validados en el LCCAPE puede someterse a un proceso de acreditación bajo la NTC ISO/IEC 17025 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” ante una entidad nacional para los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad total y dureza total.

RECOMENDACIONES

Se recomienda a la alta gerencia de EMPOOBANDO E.S.P. tener una mayor disponibilidad frente al proceso de acreditación de LCCAPE ya que según la normativa correspondiente (Res. 2115 y Dec. 1575 del 2007), dicho sistema de gestión de calidad debió haberse implementado hasta el 2009 y además contribuye al proceso de certificación de la empresa. Por tanto, las recomendaciones pueden puntualizar lo siguiente:

- Es urgente y necesaria la aplicación e implementación del sistema de gestión de calidad que a través de este trabajo se diseñó y documentó para que la calidad de los resultados emanados por el LCCAPE sea óptima y se pueda enfrentar un proceso de acreditación.
- Se recomienda a la dirección del LCCAPE la continua aplicación de procesos de mejora y revisión del SGC del LCCAPE que con este trabajo se instaura.
- Es necesario que la alta gerencia de EMPOOBANDO E.S.P. realice acciones de gestión administrativa y técnica que conlleven al buen funcionamiento del LCCAPE y a la aplicación del presente sistema de gestión realizado en el presente trabajo.
- La validación es un proceso que requiere de continua verificación y adaptación a las necesidades del LCCAPE. Por tanto, se recomienda mantener el control de calidad, realizar pruebas de verificación de la calidad de los métodos analíticos validados y la inclusión de los ensayos de competencia del PICCAP.
- Se recomienda continuar con el proceso de validación de los métodos de análisis de los parámetros fisicoquímicos enmarcados en la resolución 2115 del 2007.

BIBLIOGRAFÍA

AEFI. *Validación de métodos analíticos*. AEFI, 2001. 315 p.

BADER, H., STURZENEGGER, V., HOIGNI, J. *Photometric method for the determination of low concentrations of hydrogen peroxide by the peroxidase catalyzed oxidation of N,N-diethyl-p-phenylenediamine (DPD)*. *Wat. Res.* Vol. 22, No. 9.1988.

BAHRUDDIN, S., WAN TATT, W., SARIFF, JAB., IDIRIS, S., SLATER, J., *Development of flow injection spectrophotometric methods for the determination of free available chlorine and total available chlorine: comparative study*. *Analytica Chimica Acta* 537 (2005).

CARDONE, M, J., "New Technique in chemical assay calculations: 1. A Survey of calculational practices on a model problem. *Analytical Chemistry*, 58 (1989).

CHUNG, C. *Simulation modeling handbook: a practical approach*. CRC press. (2004)

CITAC/EURACHEM. *Guide to Quality in Analytical Chemistry – An Aid to Accreditation*. CITAC/EURACHEM. Prague 2003.

COLOMBIA. INSTITUTO NACIONAL DE SALUD. *Informe general de resultados ensayo de aptitud - PICCAP*. BOGOTÁ D.C, 2015.

COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL y MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 2115. (22, junio, 2007). Por medio de la cual se señalan características, instrumentos básicos y frecuencias del sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano. Bogotá, D. C., 2007.

COLOMBIA. MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL. DECRETO 1575. (9, Mayo, 2007). Por el cual se establece el Sistema para la Protección y Control de la Calidad del Agua para Consumo Humano. Bogotá, D. C., 2007.

COLOMBIA. MINISTERIO DE PROTECCIÓN SOCIAL. Resolución N° 004353. (23, Octubre, 2013). Por la cual se autorizan laboratorios para la realización de análisis fisicoquímicos y microbiológicos al agua para consumo humano. Bogotá, D.C., 2013.

Conference on harmonisation of technical requirements for registration of pharmaceuticals for human use. ICH harmonised tripartite guideline. *Validation of analytical procedures: text and methodology* .Somatek. (2014).

COOK, R.D. *Detection of Influential Observations in Linear Regression*. Technometrics, 19. (1977).

CÓRDOVA., M., *Estadística Descriptiva e Inferencial*. 5ª Ed. Moshera. 2003. 518 p.

CZICHOS, H., SAITO, T., SMITH, L. *Handbook of Metrology and Testing*. 2ª edition. Springer, 2011. 1242 p.

EURACHEM, *Quantifying uncertainty in analytical measurement*, Draft EURACHEM Work shop, 2nd Edition, Helsinki, 1999.

EURACHEM, *Quantifying uncertainty in analytical measurements*, EURACHEM. UK, 1995.

EURACHEM/CITAC. *Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*.. 3ª Ed. S L R Ellison. 2011.

GAJÓN, M. *Sistema de Gestión de Calidad para el Laboratorio Clínico de Urgencias del Hospital "Dr. Rafael Lucio"*. Universidad veracruzana. Xalapa. 2008.

GORDILLO, L.M., *Diseño, Documentación e implementación del sistema de gestión de calidad bajo la NTC ISO/IEC 17025:2005 en el laboratorio de Validación y metrología de la UEN FCV bioingeniería*. Universidad Pontificia Bolivariana. 2010.

GRUBBS, F.E., Beck, G. *Extension of Sample Sizes and Percentage Points for Significance Tests of Outlying Observations*. Technometrics,14 (1972).

HACH, C.C., VANOUS, R.D.,HEER, J.M. *Understanding Turbidity Measurement*. Hach Co. Booklet 11 (1985)

HACH. *Turbidímetro portátil. Manual del instrumento Modelo 2100P*. N° CATÁLOGO 46500-93. 2014

HOWARD, E. D. *Applied Regression Analysis in Econometrics*. CRC Press 1989, ISBN 0-8247-8049-3.

ICH Q2A. *International Conference on Harmonisation of Technical Requirements for Registration of Pharmaceuticals for Human Use (ICH) ICH process*. ICH Steering Committee. Center for Drug Evaluation and Research. 1995.

INECC-CCA. Guía para la implantación, validación y verificación del desempeño continuo de un método analítico. México. (2010).

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Calidad del agua. Determinación de la turbiedad. Método nefelométrico. N° 4707. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Calidad del agua. Determinación de la acidez y determinación de la alcalinidad. N° 4803. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Calidad del agua. Determinación de la dureza. N° 4706. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Exactitud (veracidad y precisión) de Métodos de medición y resultados. N° 3529. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results*, ISO Guide 5725-1, ISO, Geneva (1994)

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *Accuracy (Trueness and Precision) of Measurement Methods and Results*, ISO Guide 5725-3, ISO, Geneva (1994)

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *Statistics, Vocabulary and symbols*. ISO 3534-1. ISO. Geneva (1993)

Kuehl, R. *Diseño de experimentos: principios estadísticos de diseño y análisis de investigación*. Thomson learning. 2ª Edición, 2001. 680p.

Magnusson, B., Näykki, T., Hovind, H., Krysell M. *Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories*. Tech. 2003.

MAROTO, A. Incertidumbre en Métodos analíticos De rutina. Universidad Rovira i Virgili. Facultad de química. 2002.

MICHAEL, T., STEPHEN L. R., ROGER, W. Directrices armonizadas para la validación de métodos de análisis por un solo laboratorio (informe técnico de la IUPAC). Pure appl. Chem., Vol. 74. (2002). N° 5.

MILLER, James., MILLER, Jane. *Estadística y quimiometría para química analítica*. 4ª Ed. Pearson Education, 2002. 286 p.

MONTGOMERY, D., *Diseño y análisis de experimentos*. 2ª Ed. Limusa Wiley, 2006. 692 p.

Muller, K.E., Peterson, B.L., Practical methods for computing power in testing the multivariate general linear hypothesis. *Computational Statistics & Data Analysis*. Vol. 2, (1984). N° 2.

ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE NORMALIZACIÓN Y COMISIÓN ELECTROTÉCNICA INTERNACIONAL. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. 17025. 2º Ed. SUIZA. ISO. 2005

ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE NORMALIZACIÓN Y COMISIÓN ELECTROTÉCNICA INTERNACIONAL. International Consensus on Good Quality Management Practices. ISO 9000, (ISO, Geneva 2000)

RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, L.S. *Standard Methods for Examination of Water & Wastewater*. APHA, AWWA, WEF. 22º Edition, 2012. 2671 p.

SCHIMD, W., LAZOS, R. Guía para estimar la incertidumbre de la medición. Centro Nacional de metrología. México. 2000.

SKOOG D. A., WEST D. M. Y HOLLER F.J., *Fundamentos de Química Analítica*. 8º Edición. Thomson. México, 2005. 1172 p.

SKOOG, D., HOLLER, J., NIEMAN, T. *Principios De Análisis Instrumental*. 5º Edición. Mc Graw – Hill, 2001. 1024 p.

TEJEDOR, F.J., Análisis de varianza: introducción conceptual y diseños básicos. ARCO LIBROS, 1999. 219 p.

VERMA, K.K., JAIN, A., TOWNSHEND, A. Determination of free and combined residual chlorine by flow-injection spectrophotometry. *Analytica Chimica Acta*. 261, (1992)

ANEXOS

ANEXO A. Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”

Nº Consecutivo 001	Nombre del comité evaluador Comité Calidad LCCAPE	Fecha de elaboración 10 -02 -2014
Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”		
Objetivo del Diagnóstico Recopilar la información necesaria para determinar el estado real del laboratorio y el nivel de cumplimiento con respecto a los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025:2005		
Alcance del Diagnóstico Este diagnóstico comprende la evaluación comparativa del cumplimiento de los requerimientos de gestión y requerimientos técnicos de la NTC-ISO/IEC 17025:2005 por parte del Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable de Empoobando E.S.P.		
Generalidades Se presenta una lista de chequeo con el fin de establecer el determinar el estado real del LCCAPE de acuerdo a los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025:2005. La lista de chequeo se divide en secciones de forma similar a la norma en cuestión. Cada ítem de chequeo está numerado de igual manera que el ítem de cumplimiento especificado en la norma. Para ofrecer un resultado cuantitativo que contribuya a vislumbrar el estado del laboratorio de mejor manera, se establece la siguiente convención: Se establece que para cada requerimiento se pueden presentar los siguientes niveles de cumplimiento NA: No Aplica 0: NI – ND : No Implementado - No Documentado 2: NI – D: No Implementado - Documentado 3: I – ND : Implementado - No Documentado 5: I – D: Implementado - Documentado Los incumplimientos evidenciados por esta evaluación se clasifican en dos tipos: i) Incumplimiento total, aquellos cuyo puntaje es cero y ante los cuales es necesario implementar una solución ya que dicho ítem no está establecido al término de finalizar el diagnóstico; ii) Incumplimiento parcial, aquellos cuyo puntaje es 2 ó 3 y ante los cuales es necesario realizar una mejora en lo previamente establecido.		

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

LISTA DE CHEQUEO						
#	5.4 5.5 4.1 REQUISITOS RESPECTO A LA ORGANIZACIÓN	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I -
		-	0	2	3	5
4.1.1	¿Es el LCCAPE una entidad con responsabilidad legal?					X
4.1.2	¿El laboratorio realiza sus actividades de ensayo y de calibración de modo que se cumplan los requisitos de esta Norma Internacional y se satisfagan las necesidades de los clientes, autoridades reglamentarias u organizaciones que otorgan reconocimiento?		X			
4.1.3	¿El sistema de gestión cubre el trabajo realizado en las instalaciones permanentes del laboratorio, en sitios fuera de las instalaciones permanentes o en instalaciones temporales o móviles asociadas?		X			
4.1.4	¿El laboratorio es parte de una organización que desarrolla actividades distintas de las de ensayo o de calibración, se definen las responsabilidades del personal clave de la organización que participa o influye en las actividades de ensayo o de calibración del laboratorio, con el fin de identificar y evitar conflictos de intereses?				X	
4.1.5.a	¿Existe personal directivo y técnico que tenga, independientemente de toda otra responsabilidad, la autoridad y los recursos necesarios para desempeñar sus tareas, incluida la implementación, el mantenimiento y la mejora del sistema de gestión?					X
4.1.5.b	¿Se toman medidas para asegurarse que la dirección y su personal están libres de cualquier presión o influencia indebida, interna o externa, comercial, financiera o de otro tipo, que pueda perjudicar la calidad de su trabajo?					X
4.1.5.c	¿Se tiene políticas y procedimientos para asegurar la protección de la información confidencial y los derechos de propiedad de sus clientes, incluidos los procedimientos para la protección del almacenamiento y la transmisión electrónica de los resultados?			X		

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.1. 5.d	¿Se tiene políticas y procedimientos para evitar intervenir en cualquier actividad que pueda disminuir la confianza en su competencia, imparcialidad, juicio o integridad operativa?		X			
4.1. 5.e	¿Está definida la organización y la estructura de gestión del laboratorio, su ubicación dentro de una organización madre, y las relaciones entre la gestión de la calidad, las operaciones técnicas y los servicios de apoyo?		X			
4.1. 5.f	¿Se especifica la responsabilidad, autoridad e interrelación de todo el personal que dirige, realiza o verifica el trabajo que afecta a la calidad de los ensayos o calibraciones?					x
4.1. 5.g	¿Se provee adecuada supervisión al personal encargado de los ensayos y calibraciones, incluidos los que están en formación, por personas familiarizadas con los métodos y procedimientos, el objetivo de cada ensayo o calibración y con la evaluación de los resultados de los ensayos o de las calibraciones?					x
4.1. 5.h	¿Se tiene una dirección técnica con la responsabilidad total por las operaciones técnicas y la provisión de los recursos necesarios para asegurar la calidad requerida de las operaciones del laboratorio?					X
4.1. 5.i	¿Se ha nombrado un miembro del personal como responsable de la calidad (o como se designe), quien, independientemente de otras obligaciones y responsabilidades, debe tener definidas la responsabilidad y la autoridad para asegurarse de que el sistema de gestión relativo a la calidad será implementado y respetado en todo momento?					X
4.1. 5.j	¿Se ha nombrado sustitutos para el personal directivo clave?		X			
4.1. 5.k	¿Se asegura que el personal sea consciente de la pertinencia e importancia de sus actividades y de la manera en que contribuyen al logro de los objetivos del sistema de gestión?		X			
4.1. 6.	¿La alta dirección se asegura de que se establecen los procesos de comunicación apropiados dentro del		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

	laboratorio y de que la comunicación se efectúa considerando la eficacia del sistema de gestión?					
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	2	3	40
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		80				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		56%				
5.6	5.7 4.2 REQUISITOS RESPECTO AL SISTEMA DE GESTIÓN	Nivel de cumplimiento				
		NA	I – N	NI – D	I – ND	I – D
		-	0	2	3	5
4.2. 1	¿El laboratorio establece, implementa y mantiene un sistema de gestión apropiado al alcance de sus actividades? ¿El laboratorio documenta sus políticas, sistemas, programas, procedimientos e instrucciones tanto como sea necesario para asegurar la calidad de los resultados de los ensayos o calibraciones? ¿La documentación del sistema se comunica al personal pertinente?		X			
4.2. 2	¿Las políticas del sistema de gestión del laboratorio concernientes a la calidad, incluida una declaración de la política de la calidad, están definidas en un manual de la calidad (o como se designe)?		X			
4.2. 3	¿La alta dirección proporciona evidencias del compromiso con el desarrollo y la implementación del sistema de gestión y con mejorar continuamente su eficacia?		X			
4.2. 4	¿La alta dirección comunica a la organización la importancia de satisfacer tanto los requisitos del cliente como los legales y reglamentarios?		x			
4.2. 5	¿El manual de la calidad hace referencia a los procedimientos de apoyo, incluidos los procedimientos técnicos?		X			
4.2. 6	¿En el manual de la calidad se definen las funciones y responsabilidades de la dirección técnica y del responsable de la calidad, incluida su responsabilidad para asegurar el cumplimiento de esta Norma Internacional?		X			
4.2.	¿La alta dirección asegura que se mantiene la integridad		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

7	del sistema de gestión cuando se planifican e implementan cambios en éste?					
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	0	0	
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		35				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				
#	4.3 REQUISITOS RESPECTO AL SISTEMA DE CONTROL DE DOCUMENTOS	Nivel de cumplimiento				
		NA	I – N	NI – D	I – ND	I – D
		-	0	2	3	5
4.3. 1	<p>Generalidades:</p> <p>¿El laboratorio establece y mantiene procedimientos para el control de todos los documentos que forman parte de su sistema de gestión tales como la reglamentación, las normas y otros documentos normativos, los métodos de ensayo o de calibración, así como los dibujos, el software, las especificaciones, las instrucciones y los manuales?</p>				X	
4.3. 2	<p>Aprobación y emisión de los documentos:</p> <p>¿Todos los documentos distribuidos entre el personal del laboratorio como parte del sistema de gestión son revisados y aprobados, para su uso, por el personal autorizado antes de su emisión? ¿Se establece una lista maestra o un procedimiento equivalente de control de la documentación, identificando el estado de revisión vigente y la distribución de los documentos del sistema de gestión, la cual debe ser fácilmente accesible con el fin de evitar el uso de documentos no válidos u obsoletos?</p>		X			
4.3. 2.1	<p>¿Los procedimientos adoptados aseguran que:</p> <p>a) las ediciones autorizadas de los documentos pertinentes estén disponibles en todos los sitios en los que se llevan a cabo operaciones esenciales para el funcionamiento eficaz del laboratorio;</p> <p>b) los documentos sean examinados periódicamente y, cuando sea necesario, modificados para asegurar la adecuación y el cumplimiento continuos con los requisitos</p>		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:			
		Revisión: 0			
		Inicio de vigencia: 2014-02-10			

	aplicables; c) los documentos no válidos u obsoletos serán retirados inmediatamente de todos los puntos de emisión o uso, o sean protegidos, de alguna otra forma, de su uso involuntario; d) los documentos obsoletos, retenidos por motivos legales o de preservación del conocimiento, sean adecuadamente marcados.?					
4.3.2.2	¿Los documentos del sistema de gestión generados por el laboratorio están identificados unívocamente? ¿Dicha identificación incluye la fecha de emisión o una identificación de la revisión, la numeración de las páginas, el número total de páginas o una marca que indique el final del documento, y la o las personas autorizadas a emitirlos?		X			
4.3.3	Cambios a los documentos: ¿Los cambios a los documentos son revisados y aprobados para la misma función que realizó la revisión original, a menos que se designe específicamente a otra función? ¿El personal designado tiene acceso a los antecedentes pertinentes sobre los que basará su revisión y su aprobación?		x			
4.3.3.1	¿Se identifica el texto modificado o nuevo en el documento o en los anexos apropiados?		x			
4.3.3.2	¿Las modificaciones están claramente identificadas, firmadas y fechadas? ¿Un documento revisado es editado nuevamente tan pronto como sea posible?		x			
4.3.3.3	¿Se establecen procedimientos para describir cómo se realizan y controlan las modificaciones de los documentos conservados en los sistemas informáticos?		x			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	3	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		40				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		7.5%				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

#	5.8 4.4. REQUISITOS RESPECTO A REVISIÓN DE LOS PEDIDOS, OFERTAS Y CONTRATOS	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.4.1	¿El laboratorio establece y mantiene procedimientos para la revisión de los pedidos, las ofertas y los contratos? ¿Las políticas y los procedimientos para estas revisiones, que den por resultado un contrato para la realización de un ensayo o una calibración, aseguran que: a) los requisitos, incluidos los métodos a utilizar, están adecuadamente definidos, documentados y entendidos; b) el laboratorio tiene la capacidad y los recursos para cumplir con los requisitos; c) se selecciona el método de ensayo o de calibración apropiado, que sea capaz de satisfacer los requisitos de los clientes?		X			
4.4.2	¿Se conservan registros de las revisiones, incluidas todas las modificaciones significativas? ¿También se conservan los registros de las conversaciones mantenidas con los clientes relacionadas con sus requisitos o con los resultados del trabajo realizado durante el período de ejecución del contrato?		X			
4.4.3	La revisión también debe incluir cualquier trabajo que el laboratorio subcontrate	X				
4.4.4	¿Se informa al cliente de cualquier desviación con respecto al contrato?				X	
4.4.5	¿Si un contrato necesita ser modificado después de haber comenzado el trabajo, se repite el mismo proceso de revisión de contrato y se deben comunicar los cambios a todo el personal afectado?		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	3	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		20				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		15%				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

#	4.5. REQUISITOS RESPECTO A SUBCONTRATACIÓN DE ENSAYOS Y DE CALIBRACIONES	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.5.1	¿Cuando un laboratorio subcontrate un trabajo, ya sea debido a circunstancias no previstas (por ejemplo, carga de trabajo, necesidad de conocimientos técnicos adicionales o incapacidad temporal), o en forma continua (por ejemplo, por subcontratación permanente, convenios con agencias o licencias), se encarga este trabajo a un subcontratista competente?	NO SE SUBCONTRATA LOS SERVICIOS DE DETERMINACION DE TURBIDEZ, CLORO RESIDUAL, ALCALINIDAD Y DUREZA. POR TANTO, ESTA SECCIÓN NO APLICA PARA EL SISTEMA DE GESTION PROPUESTO.				
4.5.2	¿El laboratorio advierte al cliente, por escrito, sobre el acuerdo y, cuando corresponde, obtiene la aprobación del cliente, preferentemente por escrito?					
4.5.3	¿El laboratorio es responsable frente al cliente del trabajo realizado por el subcontratista, excepto en el caso que el cliente o una autoridad reglamentaria especifique el subcontratista a utilizar?					
4.5.4	¿El laboratorio mantiene un registro de todos los subcontratistas que utiliza para los ensayos o las calibraciones, y un registro de la evidencia del cumplimiento con esta Norma Internacional para el trabajo en cuestión?					
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		20				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				
#	5.9 4.6. REQUISITOS RESPECTO A COMPRAS DE SERVICIOS Y DE SUMINISTROS	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.6.1	Compras de servicios y de suministros: ¿El laboratorio tiene una política y procedimientos para la selección y la compra de los servicios y suministros que utiliza y que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones?		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:				
		Revisión: 0				
		Inicio de vigencia: 2014-02-10				

4.6. 2	¿El laboratorio se asegura de que los suministros, los reactivos y los materiales consumibles comprados, que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones, no sean utilizados hasta que no hayan sido inspeccionados, o verificados de alguna otra forma, como que cumplen las especificaciones normalizadas o los requisitos definidos en los métodos relativos a los ensayos o las calibraciones concernientes? ¿Se mantienen registros de las acciones tomadas para verificar el cumplimiento?		X			
4.6. 3	¿Los documentos de compra de los elementos que afectan a la calidad de las prestaciones del laboratorio contienen datos que describan los servicios y suministros solicitados? ¿Estos documentos de compra son revisados y aprobados en cuanto a su contenido técnico antes de ser liberados?					X
4.6. 4	¿El laboratorio evalúa a los proveedores de los productos consumibles, suministros y servicios críticos que afectan a la calidad de los ensayos y de las calibraciones, y debe mantener los registros de dichas evaluaciones y establecer una lista de aquellos que hayan sido aprobados?		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	0	5
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		20				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		25%				
#	5.10 5.11 4.7. REQUISITOS RESPECTO A SERVICIO AL CLIENTE	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.7. 1	¿El laboratorio está dispuesto a cooperar con los clientes o sus representantes para aclarar el pedido del cliente y para realizar el seguimiento del desempeño del laboratorio en relación con el trabajo realizado, siempre que el laboratorio garantice la confidencialidad hacia otros clientes?				X	
4.7. 2	¿La información de retorno se utiliza y analiza para mejorar el sistema de gestión, las actividades de ensayo y calibración y el servicio al cliente?		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	3	0	
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		10				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		30%				
#	4.8. REQUISITOS RESPECTO A QUEJAS	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.8. 1	¿El laboratorio tiene una política y un procedimiento para la resolución de las quejas recibidas de los clientes o de otras partes? ¿Se mantienen registros de todas las quejas así como de las investigaciones y de las acciones correctivas llevadas a cabo por el laboratorio?	X				
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	0	0	
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		5				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				
#	4.9. REQUISITOS RESPECTO A CONTROL DE TRABAJOS DE ENSAYOS O DE CALIBRACIONES NO CONFORMES	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.9. 1	¿El laboratorio debe tener una política y procedimientos que se implementen cuando cualquier aspecto de su trabajo de ensayo o de calibración, o el resultado de dichos trabajos, no son conformes con sus propios procedimientos o con los requisitos acordados con el cliente?	X				
4.9. 2	¿Cuando la evaluación indique que el trabajo no conforme podría volver a ocurrir o existan dudas sobre el cumplimiento de las operaciones del laboratorio con sus propias políticas y procedimientos, se siguen rápidamente los procedimientos de acciones correctivas indicados en el apartado 4.11.?	X				
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	0	0	
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		10				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

#	4.10. REQUISITOS RESPECTO A MEJORA	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.10.1	¿El laboratorio mejora continuamente la eficacia de su sistema de gestión mediante el uso de la política de la calidad, los objetivos de la calidad, los resultados de las auditorías, el análisis de los datos, las acciones correctivas y preventivas y la revisión por la dirección?		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		5				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				
#	4.11. REQUISITOS RESPECTO A ACCIONES CORRECTIVAS	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.11.1	Generalidades: ¿El laboratorio establece una política y un procedimiento para la implementación de acciones correctivas cuando se haya identificado un trabajo no conforme o desvíos de las políticas y procedimientos del sistema de gestión o de las operaciones técnicas, y designa personas apropiadamente autorizadas para implementarlas?		X			
4.11.2	El procedimiento de acciones correctivas debe comenzar con una investigación para determinar la o las causas raíz del problema.		X			
4.11.3	Selección e implementación de las acciones correctivas: Cuando se necesite una acción correctiva, el laboratorio debe identificar las acciones correctivas posibles. Debe seleccionar e implementar la o las acciones con mayor posibilidad de eliminar el problema y prevenir su repetición.. Se debe documentar e implementar cualquier cambio necesario que resulte de las investigaciones de las acciones correctivas.		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:				
		Revisión: 0				
		Inicio de vigencia: 2014-02-10				

4.11 .4	Seguimiento de las acciones correctivas: El laboratorio debe realizar el seguimiento de los resultados para asegurarse de la eficacia de las acciones correctivas implementadas.		X			
4.11 .5	Auditorías adicionales: Cuando la identificación de no conformidades o desvíos ponga en duda el cumplimiento del laboratorio con sus propias políticas y procedimientos, o el cumplimiento con esta Norma Internacional, el laboratorio debe asegurarse de que los correspondientes sectores de actividades sean auditados, según el apartado 4.14, tan pronto como sea posible.		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		25				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				
#	5.12 5.13 4.12. REQUISITOS RESPECTO A ACCIONES PREVENTIVAS	Nivel de cumplimiento				
		NA	I – N	NI – D	I – ND	I – D
		-	0	2	3	5
4.12 .1	Se deben identificar las mejoras necesarias y las potenciales fuentes de no conformidades. Cuando se identifiquen oportunidades de mejora o si se requiere una acción preventiva, se deben desarrollar, implementar y realizar el seguimiento de planes de acción, a fin de reducir la probabilidad de ocurrencia de dichas no conformidades y aprovechar las oportunidades de mejora.		X			
4.12 .2	Los procedimientos para las acciones preventivas deben incluir la iniciación de dichas acciones y la aplicación de controles para asegurar que sean eficaces.		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		20				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

#	5.14 5.15 4.13. REQUISITOS RESPECTO A CONTROL DE LOS REGISTROS	Nivel de cumplimiento				
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
4.13 .1	Generalidades: ¿El laboratorio establece y mantiene procedimientos para la identificación, la recopilación, la codificación, el acceso, el archivo, el almacenamiento, el mantenimiento y la disposición de los registros de la calidad y los registros técnicos? ¿Los registros de la calidad incluyen informes de las auditorías internas y de las revisiones por la dirección, así como los registros de las acciones correctivas y preventivas?				X	
4.13 .1.2	¿Todos los registros son legibles y se almacenan y conservan de modo que sean fácilmente recuperables en instalaciones que les provean un ambiente adecuado para prevenir los daños, el deterioro y las pérdidas? ¿Se establece el tiempo de retención de los registros?					X
4.13 .1.3	¿Todos los registros son conservados en sitio seguro y en confidencialidad?					X
4.13 .1.4	¿El laboratorio debe tener procedimientos para proteger y salvaguardar los registros almacenados electrónicamente y para prevenir el acceso no autorizado o la modificación de dichos registros?				X	
4.13 .2	Registros técnicos: ¿El laboratorio conserva, por un período determinado, los registros de las observaciones originales, de los datos derivados y de información suficiente para establecer un protocolo de control, los registros de calibración, los registros del personal y una copia de cada informe de ensayos o certificado de calibración emitido? ***					X
4.13 .2.	¿Las observaciones, los datos y los cálculos se registran en el momento de hacerlos y se relacionan con la operación en cuestión?				X	
4.13 .2.3	Cuando ocurran errores en los registros, cada error debe ser tachado, no debe ser borrado, hecho ilegible ni eliminado, y el valor correcto debe ser escrito al margen					X

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

	¿Todas estas alteraciones a los registros son firmadas o visadas por la persona que hace la corrección? En el caso de los registros guardados electrónicamente, se deben tomar medidas similares para evitar pérdida o cambio de los datos originales.					
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	9	20	
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		35				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		57%				
#	5.16 5.17 4.14. REQUISITOS RESPECTO A AUDITORÍAS INTERNAS	Nivel de cumplimiento				
		NA	I – N	NI – D	I – ND	I – D
		-	0	2	3	5
4.14 .1	¿El laboratorio efectúa periódicamente, de acuerdo con un calendario y un procedimiento predeterminados, auditorías internas de sus actividades para verificar que sus operaciones continúan cumpliendo con los requisitos del sistema de gestión y de esta Norma Internacional? ¿El programa de auditoría interna considera todos los elementos del sistema de gestión, incluidas las actividades de ensayo y calibración? ¿Existe un responsable de la calidad quien debe planificar y organizar las auditorías según lo establecido en el calendario y lo solicitado por la dirección? ¿Tales auditorías son efectuadas por personal formado y calificado, quien siempre que los recursos lo permitan, es independiente de la actividad a ser auditada?		X			
4.14 .2	Cuando los hallazgos de las auditorías pongan en duda la eficacia de las operaciones o la exactitud o validez de los resultados de los ensayos o de las calibraciones del laboratorio ¿ éste toma las acciones correctivas oportunas y, si las investigaciones revelaran que los resultados del laboratorio pueden haber sido afectados, se notifica por escrito a los clientes?		X			
4.14 .	¿Se registra el sector de actividad que ha sido auditado, los hallazgos de la auditoría y las acciones correctivas que resulten de ellos?		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:			
		Revisión: 0			
		Inicio de vigencia: 2014-02-10			

4.14 .4	¿Las actividades de la auditoría de seguimiento deben verificar y registran la implementación y eficacia de las acciones correctivas tomadas?		X				
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		20					
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%					
#	5.18 5.19 4.15. REQUISITOS RESPECTO A REVISIONES POR LA DIRECCIÓN	Nivel de cumplimiento					
		NA	I - N	NI - D	I - ND	I - D	
		-	0	2	3	5	
4.15 .1	¿La alta dirección del laboratorio efectúa periódicamente, de acuerdo con un calendario y un procedimiento predeterminados, una revisión del sistema de gestión y de las actividades de ensayo o calibración del laboratorio, para asegurarse de que se mantienen constantemente adecuados y eficaces, y para introducir los cambios o mejoras necesarios?		X				
4.15 .2	¿Se registra los hallazgos de las revisiones por la dirección y las acciones que surgen de ellos? ¿La dirección se asegura de que esas acciones son realizadas dentro de un plazo apropiado y acordado?		X				
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		10					
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%					

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

5. REQUISITOS TÉCNICOS						
#	5.2. Requisitos Respecto al Personal	Nivel de cumplimiento				
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
5.2.1	¿La dirección del laboratorio asegura la competencia de todos los que operan equipos específicos, realizan ensayos o calibraciones, evalúan los resultados y firman los informes de ensayos y los certificados de calibración?				X	
5.2.2	¿La dirección del laboratorio formula las metas con respecto a la educación, la formación y las habilidades del personal del laboratorio? ¿El laboratorio tiene una política y procedimientos para identificar las necesidades de formación del personal y para proporcionarla?		X			
5.2.3	¿El laboratorio dispone de personal que esté empleado por el laboratorio o que esté bajo contrato con él? ¿Cuándo utiliza personal técnico y de apoyo clave, ya sea bajo contrato o a título suplementario, el laboratorio se asegura que dicho personal sea supervisado, que sea competente, y que trabaje de acuerdo con el sistema de gestión del laboratorio?		X			
5.2.4	¿El laboratorio mantiene actualizados los perfiles de los puestos de trabajo del personal directivo, técnico y de apoyo clave involucrado en los ensayos o las calibraciones?	X				
5.2.5	¿La dirección autoriza a miembros específicos del personal para realizar tipos particulares de muestreos, ensayos o calibraciones, para emitir informes de ensayos y certificados de calibración, para emitir opiniones e interpretaciones y para operar tipos particulares de equipos?		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE					3	
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		20				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		30%				
#	5.3. Requisitos Respecto Adaptación y Condiciones Ambientales	Nivel de cumplimiento				
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
5.3.1.	¿Las instalaciones de ensayos o de calibraciones del laboratorio, incluidas, pero no en forma excluyente, las fuentes de energía, la iluminación y las condiciones ambientales, facilitan la realización correcta de los ensayos o de las calibraciones?		X			
5.3.2.	¿El laboratorio realiza el seguimiento, controla y registra las condiciones ambientales según lo requieran las especificaciones, métodos y procedimientos correspondientes, o cuando éstas puedan influir en la calidad de los resultados? ¿Se presta especial atención, por ejemplo, a la esterilidad biológica, el polvo, la interferencia electromagnética, la radiación, la humedad, el suministro eléctrico, la temperatura, y a los niveles de ruido y vibración, en función de las actividades técnicas en cuestión? ¿Cuándo las condiciones ambientales comprometen los resultados de los ensayos o de las calibraciones, éstos se interrumpen?		X			
5.3.3.	¿Hay una separación eficaz entre áreas vecinas en las que se realicen actividades incompatibles? ¿Se toman medidas para prevenir la contaminación cruzada?		X			
5.3.4.	¿Se controla el acceso y el uso de las áreas que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones? ¿El laboratorio determina la extensión del control en función de sus circunstancias particulares?		X			
5.3.5.	¿Se toman medidas para asegurar el orden y la limpieza del laboratorio? ¿Cuándo es necesario se prepara procedimientos especiales?		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	0	0	
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		25				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				
#	5.4. Requisitos Respecto a Métodos de Ensayo y de Calibración y Validación de los Métodos	Nivel de cumplimiento				
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
5.4. 1	Generalidades ¿El laboratorio aplica métodos y procedimientos apropiados para todos los ensayos o las calibraciones dentro de su alcance? ¿Incluyen el muestreo, la manipulación, el transporte, el almacenamiento y la preparación de los ítems a ensayar o a calibrar? ¿Se hace una estimación de la incertidumbre de la medición así como técnicas estadísticas para el análisis de los datos de los ensayos o de las calibraciones?		X			
5.4. 2	Selección de los métodos ¿El laboratorio utiliza métodos de ensayo o de calibración, incluidos los de muestreo, que satisfagan las necesidades del cliente y que sean apropiados para los ensayos o las calibraciones que realiza? ¿Se utilizan preferentemente los métodos publicados como normas internacionales, regionales o nacionales?		X			
5.4. 3	Métodos desarrollados por el laboratorio ¿La introducción de los métodos de ensayo y de calibración desarrollados por el laboratorio para su propio uso es una actividad planificada y debe ser asignada a personal calificado, provisto de los recursos adecuados?		X			
5.4. 4	Métodos no normalizados Cuando sea necesario utilizar métodos no normalizados, éstos deben ser acordados con el cliente y deben incluir	X				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

	una especificación clara de los requisitos del cliente y del objetivo del ensayo o de la calibración. El método desarrollado debe haber sido validado adecuadamente antes del uso.					
5.4. 5.	El laboratorio debe validar los métodos no normalizados, los métodos que diseña o desarrolla, los métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, así como las ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados, para confirmar que los métodos son aptos para el fin previsto. La validación debe ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades del tipo de aplicación o del campo de aplicación dados. El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento utilizado para la validación y una declaración sobre la aptitud del método para el uso previsto.	X				
5.4. 5.3	¿La gama y la exactitud de los valores que se obtienen empleando métodos validados (por ejemplo, la incertidumbre de los resultados, el límite de detección, la selectividad del método, la linealidad, el límite de repetibilidad o de reproducibilidad, la robustez ante influencias externas o la sensibilidad cruzada frente a las interferencias provenientes de la matriz de la muestra o del objeto de ensayo) tal como fueron fijadas para el uso previsto, responden a las necesidades de los clientes?		X			
5.4. 6.1	Un laboratorio de calibración, o un laboratorio de ensayo que realiza sus propias calibraciones, deben tener y debe aplicar un procedimiento para estimar la incertidumbre de la medición para todas las calibraciones y todos los tipos de calibraciones.	X				
5.4. 6.2	¿El laboratorio tiene y aplica procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición?		X			
5.4. 6.3	¿Cuando se estima la incertidumbre de la medición, se tienen en cuenta todos los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada, utilizando métodos apropiados de análisis?		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:			
		Revisión: 0			
		Inicio de vigencia: 2014-02-10			

5.4.7.1	¿Los cálculos y la transferencia de los datos están sujetos a verificaciones adecuadas llevadas a cabo de una manera sistemática?		X				
5.4.7.2	¿Cuando se utilizan computadoras o equipos automatizados para captar, procesar, registrar, informar, almacenar o recuperar los datos de los ensayos o de las calibraciones, el laboratorio se asegura de que: a) el software desarrollado por el usuario esté documentado con el detalle suficiente y haya sido convenientemente validado, de modo que se pueda asegurar que es adecuado para el uso; b) se establecen e implementan procedimientos para proteger los datos; tales procedimientos deben incluir, pero no limitarse a, la integridad y la confidencialidad de la entrada o recopilación de los datos, su almacenamiento, transmisión y procesamiento; c) se hace el mantenimiento de las computadoras y equipos automatizados con el fin de asegurar que funcionan adecuadamente y que se encuentran en las condiciones ambientales y de operación necesarias para preservar la integridad de los datos de ensayo o de calibración?		X				
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		60					
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%					
#	5.5. Requisitos Respecto a Equipos	Nivel de cumplimiento					
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D	
		-	0	2	3	5	
5.5.1	¿El laboratorio está provisto con todos los equipos para el muestreo, la medición y el ensayo, requeridos para la correcta ejecución de los ensayos o de las calibraciones (incluido el muestreo, la preparación de los ítems de ensayo o de calibración y el procesamiento y análisis de los datos		X				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

	de ensayo o de calibración)?					
5.5. 2	¿Los equipos y su software utilizado para los ensayos, las calibraciones y el muestreo permiten lograr la exactitud requerida y cumplen con las especificaciones pertinentes para los ensayos o las calibraciones concernientes? ¿Se establecen programas de calibración para las magnitudes o los valores esenciales de los instrumentos cuando dichas propiedades afecten significativamente a los resultados? ¿Antes de poner en servicio un equipo (incluido el utilizado para el muestreo) se lo verifica con el fin de asegurar que responde a las exigencias especificadas del laboratorio y cumple las especificaciones normalizadas pertinentes?		X			
5.5. 3	¿Los equipos son operados por personal autorizado? ¿Las instrucciones actualizadas sobre el uso y el mantenimiento de los equipos (incluido cualquier manual pertinente suministrado por el fabricante del equipo) deben estar disponibles para ser utilizadas por el personal del laboratorio?				X	
5.5. 4	¿Cada equipo y su software utilizado para los ensayos y las calibraciones, que sea importante para el resultado, está en la medida de lo posible, estar unívocamente identificado?		X			
5.5. 5	¿Se establecen registros de cada componente del equipamiento y su software que sea importante para la realización de los ensayos o las calibraciones?		X			
5.5. 6.	¿El laboratorio tiene procedimientos para la manipulación segura, el transporte, el almacenamiento, el uso y el mantenimiento de los equipos con el fin de asegurar el funcionamiento y de prevenir la contaminación?		X			
5.5. 7	¿Los equipos que han sido sometidos a una sobrecarga o a un uso inadecuado, que den resultados dudosos, o se haya demostrado que son defectuosos o que están fuera de los límites especificados, se ponen fuera de servicio?				X	
5.5. 8	¿Cuando es posible, todos los equipos bajo el control del laboratorio que requieren una calibración, están rotulados, codificados o identificados de alguna manera para indicar el estado de calibración, incluida la fecha en la que fueron		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:			
		Revisión: 0			
		Inicio de vigencia: 2014-02-10			

	calibrados por última vez y su fecha de vencimiento o el criterio para la próxima calibración?					
5.5.9	¿Cuando, por cualquier razón, el equipo queda fuera del control directo del laboratorio, éste se asegura de que se verifican el funcionamiento y el estado de calibración del equipo y de que son satisfactorios, antes de que el equipo sea reintegrado al servicio?		X			
5.5.10	¿Cuando se necesiten comprobaciones intermedias para mantener la confianza en el estado de calibración de los equipos, éstas se deben efectuar según un procedimiento definido?		X			
5.5.11	¿Cuando las calibraciones den lugar a un conjunto de factores de corrección, el laboratorio tiene procedimientos para asegurarse de que las copias (por ejemplo, en el software), se actualizan correctamente?		X			
5.5.12	¿Se protege los equipos de ensayo y de calibración, tanto el hardware como el software, contra ajustes que pudieran invalidar los resultados de los ensayos o de las calibraciones?		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	6	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		60				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		10%				
#	5.6. Requisitos Respecto a Trazabilidad de las mediciones	Nivel de cumplimiento				
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
5.6.1	Generalidades ¿Todos los equipos utilizados para los ensayos o las calibraciones, incluidos los equipos para mediciones auxiliares (por ejemplo, de las condiciones ambientales) que tengan un efecto significativo en la exactitud o en la validez del resultado del ensayo, de la calibración o del muestreo, se calibran antes de ser puestos en servicio? ¿El laboratorio establece un programa y un procedimiento para		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

	la calibración de sus equipos?					
5.6.2.	Requisitos Específicos					
5.6.2.1.1	Calibración. Para los laboratorios de calibración, el programa de calibración de los equipos debe ser diseñado y operado de modo que se asegure que las calibraciones y las mediciones hechas por el laboratorio sean trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI).	X				
5.6.2.1.2	Existen ciertas calibraciones que actualmente no se pueden hacer estrictamente en unidades SI. En estos casos la calibración debe proporcionar confianza en las mediciones al establecer la trazabilidad a patrones de medición apropiados	X				
5.6.2.2	Ensayos					
5.6.2.2.1	¿Se ha establecido que la incertidumbre introducida por la calibración contribuye muy poco a la incertidumbre total del resultado de ensayo?		X			
5.6.2.2.2	Cuando la trazabilidad de las mediciones a las unidades SI no sea posible o no sea pertinente, se deben exigir los mismos requisitos para la trazabilidad (por ejemplo, por medio de materiales de referencia certificados, métodos acordados o normas consensuadas) que para los laboratorios de calibración (véase 5.6.2.1.2).	X				
5.6.3	Patrones de referencia y materiales de referencia	X				
	Patrones de referencia					
5.6.3.1	El laboratorio debe tener un programa y un procedimiento para la calibración de sus patrones de referencia. Los patrones de referencia deben ser calibrados por un organismo que pueda proveer la trazabilidad como se indica en 5.6.2.1. Dichos patrones de referencia para la medición, conservados por el laboratorio, deben ser utilizados sólo para la calibración y para ningún otro propósito, a menos que se pueda demostrar que su desempeño como patrones de referencia no será		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:				
		Revisión: 0				
		Inicio de vigencia: 2014-02-10				

	invalidado.					
5.6. 3.2	Materiales de referencia					
	Cada vez que sea posible se debe establecer la trazabilidad de los materiales de referencia a las unidades de medida SI o a materiales de referencia certificados. Los materiales de referencia internos deben ser verificados en la medida que sea técnica y económicamente posible.		X			
5.6. 3.3	Verificaciones intermedias					
	¿Se llevan a cabo las verificaciones que sean necesarias para mantener la confianza en el estado de calibración de los patrones de referencia, primarios, de transferencia o de trabajo y de los materiales de referencia de acuerdo con procedimientos y una programación definidos?		X			
5.6. 3.4	Transporte y almacenamiento					
	¿El laboratorio tiene procedimientos para la manipulación segura, el transporte, el almacenamiento y el uso de los patrones de referencia y materiales de referencia con el fin de prevenir su contaminación o deterioro y preservar su integridad?		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		20				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				
#	5.7. Requisitos Respecto a Muestreo	Nivel de cumplimiento				
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
5.7. 1	¿El laboratorio tiene un plan y procedimientos para el muestreo cuando efectúe el muestreo de sustancias, materiales o productos que luego ensaye o calibre? ¿El plan y el procedimiento para el muestreo están disponibles en el lugar donde se realiza el muestreo? ¿Los planes de				X	

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:			
		Revisión: 0			
		Inicio de vigencia: 2014-02-10			

	muestreo están basados en métodos estadísticos apropiados?					
5.7. 2	¿Cuando el cliente requiere desviaciones, adiciones o exclusiones del procedimiento de muestreo documentado, éstas están registradas en detalle junto con los datos del muestreo correspondiente e incluidas en todos los documentos que contengan los resultados de los ensayos o de las calibraciones y deben ser comunicadas al personal concerniente?		X			
5.7. 3	¿El laboratorio tiene procedimientos para registrar los datos y las operaciones relacionados con el muestreo que forma parte de los ensayos o las calibraciones que lleva a cabo? ¿Estos registros incluyen el procedimiento de muestreo utilizado, la identificación de la persona que lo realiza, las condiciones ambientales (si corresponde) y los diagramas u otros medios equivalentes para identificar el lugar del muestreo según sea necesario y, si fuera apropiado, las técnicas estadísticas en las que se basan los procedimientos de muestreo?				X	
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	6	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		15				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		40%				
#	5.8. Requisitos Respecto a Manipulación de los ítems de ensayo o de calibración	Nivel de cumplimiento				
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
5.8. 1	¿El laboratorio tiene procedimientos para el transporte, la recepción, la manipulación, la protección, el almacenamiento, la conservación o la disposición final de los ítems de ensayo o de calibración, incluidas todas las disposiciones necesarias para proteger la integridad del ítem de ensayo o de calibración, así como los intereses del laboratorio y del cliente?				X	
5.8.	¿El laboratorio tiene un sistema para la identificación de los		X			

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

2	Ítems de ensayo o de calibración? ¿La identificación se conserva durante la permanencia del ítem en el laboratorio?					
5.8. 3	¿Al recibir el ítem para ensayo se registra las anomalías o los desvíos en relación con las condiciones especificadas?				X	
5.8. 4	¿El laboratorio tiene procedimientos e instalaciones apropiadas para evitar el deterioro, la pérdida o el daño del ítem de ensayo o de calibración durante el almacenamiento, la manipulación y la preparación?	X				
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	6	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		20				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		30%				
#	5.9. Requisitos Respecto al Aseguramiento de la Calidad de los Resultados de Ensayo y de Calibración	Nivel de cumplimiento				
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5
5.9. 1	¿El laboratorio tiene procedimientos de control de la calidad para realizar el seguimiento de la validez de los ensayos y las calibraciones llevados a cabo? I	X				
5.9. 2	¿Los datos de control de la calidad se analizan y, si no satisfacen los criterios predefinidos, se toman las acciones planificadas para corregir el problema y evitar consignar resultados incorrectos?	X				
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE		0	0	0	0	0
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		10				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		0%				
#	5.10. Requisitos Respecto a Informe de los Resultados	Nivel de cumplimiento				
		NA	NI - ND	NI - D	I - ND	I - D
		-	0	2	3	5

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

5.10 .1	Generalidades					
	¿Los resultados de cada ensayo o serie de ensayos efectuados por el laboratorio, se informan en forma exacta, clara, no ambigua y objetiva, de acuerdo con las instrucciones específicas de los métodos de ensayo o de calibración?				X	
5.10 .2	Informes de ensayos y certificados de calibración					
	¿Cada informe de ensayo incluye la siguiente información del ensayo según los requerimientos de esta norma?					X
5.10 .3	Informes de ensayos					
5.10 .3.1	¿Además de los requisitos indicados en el apartado 5.10.2, los informes de ensayos incluyen, en los casos en que sea necesario para la interpretación de los resultados de los ensayos, los requerimientos adicionales de la norma?		X			
5.10 .3.2	¿Además de los requisitos indicados en los apartados 5.10.2 y 5.10.3.1, los informes de ensayo contienen los resultados del muestreo y adicionales especificados en la norma?					X
5.10 .4.2	El certificado de calibración sólo debe estar relacionado con las magnitudes y los resultados de los ensayos funcionales. Si se hace una declaración de la conformidad con una especificación, ésta debe identificar los capítulos de la especificación que se cumplen y los que no se cumplen.	X				
5.10 .4.3	Cuando un instrumento para calibración ha sido ajustado o reparado, se deben informar los resultados de la calibración antes y después del ajuste o la reparación, si estuvieran disponibles.	X				
5.10 .4.4	Un certificado de calibración (o etiqueta de calibración) no debe contener ninguna recomendación sobre el intervalo de calibración, excepto que esto haya sido acordado con el cliente. Este requisito puede ser reemplazado por disposiciones legales.	X				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	Formato de Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:			
		Revisión: 0			
		Inicio de vigencia: 2014-02-10			

5.10 .5	Opiniones e interpretaciones					
	¿Cuando se incluyen opiniones e interpretaciones, el laboratorio asegura por escrito las bases que respaldan dichas opiniones e interpretaciones?					X
5.10 .6	Quando el informe de ensayo contenga resultados de ensayos realizados por los subcontratistas, estos resultados deben estar claramente identificados. El subcontratista debe informar sobre los resultados por escrito o electrónicamente.	X				
5.10 .7	Transmisión electrónica de los resultados					
	¿En el caso que los resultados de ensayo o de calibración se transmitan por teléfono, télex, facsímil u otros medios electrónicos o electromagnéticos, cumplen con los requisitos de esta Norma Internacional? (véase también 5.4.7).				X	
5.10 .8	Presentación de los informes y de los certificados					
	¿La presentación elegida se concibe para responder a cada tipo de ensayo o de calibración efectuado y para minimizar la posibilidad de mala interpretación o mal uso?					X
5.10 .9	Modificaciones a los informes de ensayo y a los certificados de calibración					
	¿Las modificaciones de fondo a un informe de ensayo después de su emisión se hacen solamente en la forma de un nuevo documento, o de una transferencia de datos, que incluya la declaración: "Suplemento al Informe de Ensayo", o una forma equivalente de redacción.		X			
SUMA DE PUNTAJE LCCAPE			0	0	6	20
SUMA DE PUNTAJE BAJO NORMA		40				
PORCENTAJE DE CUMPLIMIENTO		65%				

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390 – [E-Mail: empobando@hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

ANEXO B

Nº Consecutivo 001	Nombre del comité de calidad: Comité Calidad LCCAPE	Fecha de elaboración
Plan de acción para cumplir la Norma 17025:2005 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” En LCCAPE		
<p>Objetivo del plan de acción</p> <p>Definir las acciones para asegurar que las no conformidades, fallas, problemas, novedades u otra situación indeseada no vuelvan a ocurrir y propiciar una base para el diseño del sistema de gestión de calidad en alto nivel de cumplimiento con respecto a los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025:2005.</p> <p>Especificar la actividad a realizar, fecha de cumplimiento y responsable.</p>		
<p>Alcance del plan de acción</p> <p>Con base a los resultados que arrojó el diagnóstico, se estructura el presente plan de acción a fin de desarrollar de una manera secuencial y ordenada las actividades para dar cumplimiento a los objetivos enmarcados en el presente proyecto. Dentro de este plan de acción se define los integrantes, las actividades, la fuente, las responsabilidades, el tiempo y la metodología para el desarrollo de este plan.</p> <p>Los alcances son los delimitados por el diagnóstico.</p>		
<p>Generalidades</p> <p>Con base en el diagnóstico se diseñó el plan de acción de la siguiente manera:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Se ordena los incumplimientos a la norma 17025 en el orden establecido por la misma. • Se determina la fuente del incumplimiento. • Se define la actividad a desarrollar • Se asigna los responsables y la fecha para su cumplimiento. • Se socializa a todo el personal del Laboratorio. <p>La estructura del plan de acción es la siguiente:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. #: Numeral del requisito de la norma en incumplimiento 2. Incumplimiento: Se describe el incumplimiento. 3. Fuente: Se describe la causa del incumplimiento. 4. Actividades: Se define las actividades para dar cumplimiento al requisito. 5. R: Se asigna responsables de LCCAPE y EMPOOBANDO E.S.P. en general para la realización de cada una de las actividades para la implementación o mejora del requisito en cuestión. A= Alta gerencia, B= Dirección de LCCAPE, C=Ejecutante del Proyecto 		

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

6. **Fecha:** Se asigna fecha de cumplimiento para cada una de las actividades con el fin de llevar un control de cumplimiento.

A partir del Diagnóstico Respecto a la Norma 17025:2005 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” realizado, se encontró que el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P. presenta 103 incumplimientos respecto a la NTC-ISO/IEC 17025. En términos de esta evaluación, el porcentaje de cumplimiento respecto a esta norma es de 13,5%. Se encontraron 86 incumplimientos totales y 17 incumplimientos parciales. Para efectos de este plan de acción, las acciones para lograr el cumplimiento óptimo de la norma, se las divide en dos tipos: a) Actividad de implementación, para los incumplimientos totales y b) Opción de mejora, para los incumplimientos parciales. Por tanto, este plan de acción presenta 86 Actividad de mejoramiento y 17 opciones de mejora.

Inicialmente se presenta las Actividad de mejoramiento y después las opciones de mejora.

ACTIVIDAD DE MEJORAMIENTO PARA CUMPLIMIENTO DE Norma 17025:2005
“Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”
Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.

4 REQUISITOS RELATIVOS A LA GESTIÓN

#	5.20 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.1.2	El LCCAPE no realiza sus actividades de ensayo de modo que los requisitos de la norma 17025 se satisfagan para cumplir con las necesidades establecidas por la ley (Res 2115, Decreto 1575).	La fuente de este incumplimiento es no tener una política de gestión de calidad.	Formular y documentar una política de gestión de alta calidad bajo la norma 17025.	A, B, C	J/14
4.1.3	El sistema de gestión no cubre el trabajo realizado en las instalaciones permanentes del laboratorio, en sitios fuera de sus instalaciones permanentes o en instalaciones temporales o móviles asociadas	La fuente de este incumplimiento es no tener un manual de aseguramiento de la calidad donde se estipule los alcances del mismo y delimite las funciones del LCCAPE	Formular y documentar un manual de aseguramiento de la calidad de alta calidad bajo la norma 17025.	B, C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.1.5.a	LCCAPE tiene personal directivo y técnico con, independientemente de toda otra responsabilidad, la autoridad y los recursos necesarios para desempeñar sus tareas, incluida la implementación, el mantenimiento y la mejora del sistema de gestión.	Sin embargo, con el crecimiento de las obligaciones del laboratorio, el personal actual no es suficiente.	Reformular el organigrama	B	S/14
4.1.5.d	No se tiene políticas y procedimientos para evitar intervenir en cualquier actividad que pueda disminuir la confianza en su competencia, imparcialidad, juicio o integridad operativa.	No se especifica un mapa de procesos del LCCAPE en términos de un sistema de gestión.	Detectar dichas actividades y formular un documento anexo al manual de aseguramiento de la calidad de alta calidad bajo la norma 17025 sobre los alcances de las acciones del laboratorio.	B, C,	S/14
4.1.5.e	No está definida la organización y la estructura de gestión del laboratorio, su ubicación dentro de una organización madre, y las relaciones entre la gestión de la calidad, las operaciones técnicas y los servicios de apoyo	No se tienen procedimientos ni documentos que relacionen Procesos de Dirección o Planeación de la gestión de calidad (bajo la norma) con otros aspectos del laboratorio.	Formular y documentar procesos de dirección y planeación del sistema de gestión.	B, C,	S/14
4.1.5.j	No se ha nombrado sustitutos para el personal directivo clave	No existen procesos de apoyo del sistema de gestión de calidad.	Formular y documentar procesos de apoyo del sistema de gestión.	A, B,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.1.5.k	No se asegura que el personal sea consciente de la pertinencia e importancia de sus actividades y de la manera en que contribuyen al logro de los objetivos del sistema de gestión	El sistema de gestión no está establecido por tanto se desconocen tanto la necesidad como las responsabilidades	Formular y documentar un organigrama que especifique funciones y responsabilidades del personal respecto al sistema de gestión a implementar dentro del manual de aseguramiento de la calidad de alta calidad bajo la norma 17025.	A, B, C,	S/14
4.1.6.	La alta dirección no se asegura de que se establecen los procesos de comunicación apropiados dentro del laboratorio y de que la comunicación se efectúa considerando la eficacia del sistema de gestión	El sistema de gestión no está establecido por tanto se desconocen tanto la necesidad como las responsabilidades	Formular y documentar un mapa de procesos del sistema de gestión.	A, B, C,	S/14
4.2 REQUISITOS RELATIVOS A SISTEMA DE GESTIÓN					
5.21	INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.2.1	El laboratorio no establece, no implementa ni mantiene un sistema de gestión apropiado al alcance de sus actividades. El laboratorio no documenta sus políticas, sistemas, programas, procedimientos e instrucciones tanto como sea necesario para asegurar la calidad de los resultados de los ensayos o calibraciones.	No existe un sistema de gestión implementado.	Formular y documentar: Política de calidad del LCCAPE	A, B, C,	J/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.2.2	No hay políticas del sistema de gestión del laboratorio concernientes a la calidad, incluida una declaración de la política de la calidad y no están definidas en un manual de la calidad.	No existe un sistema de gestión implementado.	Formular y documentar: Política de calidad del LCCAPE	A , B , C ,	J/14
4.2.3	La alta dirección no proporciona evidencias del compromiso con el desarrollo y la implementación del sistema de gestión y con mejorar continuamente su eficacia.	No existe un sistema de gestión implementado.	Formular y documentar: Política de calidad respecto al Laboratorio por parte de la Empresa	A , B , C ,	J/14
4.2.4	La alta dirección NO comunica a la organización la importancia de satisfacer tanto los requisitos del cliente como los legales y reglamentarios,	No existe un sistema de gestión implementado.	Formular y documentar: Política de calidad respecto al Laboratorio por parte de la Empresa Socializar los resultados del presente proyecto	A , B , C ,	J/14
4.2.5	No existe un manual de la calidad que haga referencia a los procedimientos de apoyo, incluidos los procedimientos técnicos.	No existe un sistema de gestión implementado.	Formular y documentar: Procedimientos de apoyo al sistema de gestión del LCCAPE	A , B , C ,	J/14
4.2.6.	No existe un manual de la calidad que defina las funciones y responsabilidades de la dirección técnica y del responsable de la calidad, incluida su responsabilidad para asegurar el cumplimiento de esta Norma Internacional.	No existe un sistema de gestión implementado.	Establecer las funciones y responsabilidades, y documentar dentro del Manual de Calidad	B , C ,	J/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.2.7	La alta dirección NO asegura que se mantiene la integridad del sistema de gestión cuando se planifican e implementan cambios en éste.	No existe un sistema de gestión implementado.	Diseñar un procedimiento que permita planificar, hacer, verificar y actuar sobre el sistema de gestión de calidad del LCCAPE	A , B , C ,	J/14
-------	---	---	--	----------------------------	------

4.3 REQUISITOS RELATIVOS A SISTEMA DE CONTROL DE DOCUMENTOS

5.22	INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
Todos los ítems	No existen procedimientos para la aprobación y emisión de los documentos.	La fuente de este incumplimiento es no tener un manual de aseguramiento de la calidad	Formular y documentar un manual de aseguramiento de la calidad de alta calidad bajo la norma 17025.	B , C,	S/14

4.4 REQUISITOS RELATIVOS A REVISIÓN DE LOS PEDIDOS, OFERTAS Y CONTRATOS

5.23	INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
Todos los ítems 4.4	El laboratorio NO establece y mantiene procedimientos para la revisión de los pedidos, las ofertas y los contratos.	La fuente de este incumplimiento es no tener un manual de aseguramiento de la calidad	Formular y documentar un manual de aseguramiento de la calidad de alta calidad bajo la norma 17025.	B , C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.6. REQUISITOS RELATIVOS A COMPRAS DE SERVICIOS Y DE SUMINISTROS					
#	5.24 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	L
4.6.1	El laboratorio no tiene una política y procedimientos para la selección y la compra de los servicios y suministros que utiliza y que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones. No existen procedimientos para la compra, la recepción y el almacenamiento de los reactivos y materiales consumibles de laboratorio que se necesiten para los ensayos y las calibraciones.	Si bien este procedimiento se encuentra establecido para la empresa, no se cuenta con un documento que relacione dicho procedimiento para la obtención de insumos específicos del laboratorio.	Elaborar un documento donde se establezcan dichos procedimientos y anexarlos al manual de aseguramiento de la calidad	B C,	S/14
4.6.2	El laboratorio no se asegura de que los suministros, los reactivos y los materiales consumibles comprados, que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones, no sean utilizados hasta que no hayan sido inspeccionados, o verificados de alguna otra forma, como que cumplen las especificaciones normalizadas o los requisitos definidos en los métodos relativos a los ensayos o las calibraciones concernientes? ¿Se mantienen registros de las acciones tomadas para verificar el cumplimiento?	No se implementa un procedimiento de inspección y verificación de especificación de materiales, reactivos y equipos.	Elaborar un documento donde se establezcan dichos procedimientos y anexarlos al manual de aseguramiento de la calidad	B C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.6.4	El laboratorio no evalúa a los proveedores de los productos consumibles, suministros y servicios críticos que afectan a la calidad de los ensayos y de las calibraciones, y debe mantener los registros de dichas evaluaciones y establecer una lista de aquellos que hayan sido aprobados.	El diseño de contratación de la empresa afecta negativamente la evaluación de distintos proveedores nacionales debido a su vinculación con la alcaldía municipal	Establecer algún mecanismo para que las contrataciones necesarias para obtener insumos de laboratorio sean realizables con proveedores nacionales.	B, C,	S/14
4.7. REQUISITOS RELATIVOS A SERVICIO AL CLIENTE					
#	5.25 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.7.2	El laboratorio no procura obtener información de retorno, tanto positiva como negativa, de sus clientes.	No existe un instructivo para una evaluación por parte del cliente del servicio prestado.	Realizar una encuesta para recibir información de retorno y realizar mejoramientos constantes al sistema de gestión.	B, C,	S/14
4.8. REQUISITOS RELATIVOS A QUEJAS					
#	5.26 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.8.1	¿El laboratorio tiene una política y un procedimiento para la resolución de las quejas recibidas de los clientes o de otras partes? ¿Se mantienen registros de todas las quejas así como de las investigaciones y de las acciones correctivas llevadas a cabo por el laboratorio?	No existe un instructivo para una evaluación por parte del cliente del servicio prestado.	Realizar una encuesta para recibir información de retorno y realizar mejoramientos constantes al sistema de gestión.	B, C,	S/14
4.9. REQUISITOS RELATIVOS A CONTROL DE TRABAJOS DE ENSAYOS O DE CALIBRACIONES NO CONFORMES					
#	5.27 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.9.1	El laboratorio no tiene una política y procedimientos que se	No tener un SGC	Diseñar un procedimiento y	B,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

1	implementen cuando cualquier aspecto de su trabajo de ensayo o de calibración, o el resultado de dichos trabajos, no son conformes con sus propios procedimientos o con los requisitos acordados con el cliente.		documentar que permita controlar los ensayos no conformes.	C,	
4.9.2	¿Cuándo la evaluación indique que el trabajo no conforme podría volver a ocurrir o existan dudas sobre el cumplimiento de las operaciones del laboratorio con sus propias políticas y procedimientos, se siguen rápidamente los procedimientos de acciones correctivas indicados en el apartado 4.11.?	No tener un SGC	Diseñar un procedimiento y documentar que permita controlar los ensayos no conformes.	B, C,	S/14

4.10. REQUISITOS RELATIVOS A MEJORA

#	5.28 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.10.1	El laboratorio no mejora continuamente la eficacia de su sistema de gestión mediante el uso de la política de la calidad, los objetivos de la calidad, los resultados de las auditorías, el análisis de los datos, las acciones correctivas y preventivas y la revisión por la dirección	No tener un SGC	Tener un SGC	B, C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.11. REQUISITOS RELATIVOS A ACCIONES CORRECTIVAS					
#	5.29 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.1.1.1	Generalidades: El laboratorio no establece una política y un procedimiento para la implementación de acciones correctivas cuando se haya identificado un trabajo no conforme o desvíos de las políticas y procedimientos del sistema de gestión o de las operaciones técnicas, y designa personas apropiadamente autorizadas para implementarlas	No se mantienen procedimientos para la identificación, la recolección, la codificación y almacenamiento de los registros de la calidad y los registros técnicos para poder evaluar las acciones correctivas necesarias.	Implementar dichos procedimientos	B, C,	S/14
4.12. REQUISITOS RELATIVOS A ACCIONES PREVENTIVAS					
#	5.30 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.1.2	No se identifican las mejoras necesarias y las potenciales fuentes de no conformidades.	No tener un SGC	Tener un SGC	B, C,	S/14
4.14. REQUISITOS RELATIVOS A AUDITORÍAS INTERNAS					
#	5.31 INCUMPLIMIENTO	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.1.4.1, 2, 3, 4	El laboratorio no efectúa periódicamente, de acuerdo con un calendario y un procedimiento predeterminados, auditorías internas de sus actividades para verificar que sus operaciones continúan cumpliendo con los requisitos del sistema de gestión y de esta Norma Internacional.	No tener un programa de auditoría interna que considere todos los elementos del sistema de gestión No existe un responsable de la calidad que planifique y organice las auditorías	Diseñar un programa de auditoría, documentarlo en el MC y aplicarlo.	B, C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.15. REQUISITOS RELATIVOS A REVISIONES POR LA DIRECCIÓN					
#	5.32 5.33 4.15. REQUISITOS RESPECTO A REVISIONES POR LA DIRECCIÓN	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.15.1	La alta dirección del laboratorio NO efectúa periódicamente, de acuerdo con un calendario y un procedimiento predeterminados, una revisión del sistema de gestión y de las actividades de ensayo o calibración del laboratorio, para asegurarse de que se mantienen constantemente adecuados y eficaces.	No tener un programa de revisiones de la alta gerencia para que realice y registre los hallazgos de las revisiones	Diseñar un programa de auditoría, documentarlo en el MC y aplicarlo.	B, C,	S/14
LISTA DE CHEQUEO					
5. REQUISITOS TÉCNICOS					
5.2. REQUISITOS RELATIVOS A PERSONAL					
#	5.2. Requisitos Respecto al Personal	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
5.2.1	La dirección del laboratorio NO formula las metas con respecto a la educación, la formación y las habilidades del personal del laboratorio. Todos los demás numerales comprenden la misma fuente y la misma actividad de implementación	LCCAPE no cuenta con un SG. Todas las responsabilidades recaen en la dirección y por tanto no le es posible delegar funciones para mejorar la funcionalidad del Laboratorio	Establecer una política y procedimientos para identificar las necesidades de formación del personal y para proporcionarla un programa relacionado al personal del LCCAPE	B, C,	S/14
5.3. REQUISITOS RELATIVOS A ADAPTACIÓN Y CONDICIONES AMBIENTALES					

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

#	5.3. Requisitos Respecto Adaptación y Condiciones Ambientales	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	E
5.3.1.	Las instalaciones de ensayos o de calibraciones del laboratorio, incluidas, pero no en forma excluyente, las fuentes de energía, la iluminación y las condiciones ambientales, NO facilitan la realización correcta de los ensayos o de las calibraciones.	La infraestructura del LCCAPE es adecuada pero necesita una remodelación.	Mejorar la planta física del LCCAPE	B, C,	S/14
5.3.2.	El laboratorio NO realiza el seguimiento, no controla y no registra las condiciones ambientales según lo requieran las especificaciones, métodos y procedimientos correspondientes, o cuando éstas puedan influir en la calidad de los resultados. No se presta especial atención, por ejemplo, a la esterilidad biológica, el polvo, la interferencia electromagnética, la radiación, la humedad, el suministro eléctrico, la temperatura, y a los niveles de ruido y vibración, en función de las actividades técnicas en cuestión.	No existe un plan de mantenimiento e inspección de las condiciones óptimas del LCCAPE	Crear un programa de mantenimiento del LCCAPE	B, C,	S/14
5.3.3.	No hay una separación eficaz entre áreas vecinas en las que se realicen actividades incompatibles. No se toman medidas para prevenir la contaminación cruzada.	Una de las secciones dentro del LCCAPE se destina a un baño sanitario. Dicha sección está al lado de la sección para análisis microbiológicos.	Mejorar la planta física del LCCAPE	B, C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

5. 3. 4.	No se controla el acceso y el uso de las áreas que afectan a la calidad de los ensayos o de las calibraciones. El laboratorio no determina la extensión del control en función de sus circunstancias particulares.	La mayoría del personal de la empresa accede al LCCAPE para obtener agua ozonizada.	Crear un programa de mantenimiento del LCCAPE	B , C,	S/14
5. 3. 5.	No se toman medidas para asegurar el orden y la limpieza del laboratorio. Cuando es necesario no se prepara procedimientos especiales.	No existe un plan de mantenimiento e inspección de las condiciones óptimas del LCCAPE	Crear un programa de mantenimiento del LCCAPE	B , C,	S/14
5.4. REQUISITOS RELATIVOS A MÉTODOS DE ENSAYO Y DE CALIBRACIÓN Y VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS					
	5.4. Requisitos relativos a métodos de ensayo y de calibración Y validación de los métodos	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
5. 4.	Selección de los métodos El laboratorio no utiliza métodos de ensayo apropiados para los ensayos.	Los métodos no se encuentran claramente especificados y validados. No se tiene un SGC de las acciones del LCCAPE.	Validar los métodos: Método nefelómetro para turbidez, Método DFD fotométrico para cloro residual, método titulométrico para determinar alcalinidad y método titulométrico con EDTA para determinar dureza	B , C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

5.5. REQUISITOS RELATIVOS A EQUIPOS					
#	5.5. Requisitos relativos a equipos	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
5.5.	El laboratorio no está provisto con todos los equipos para el muestreo, la medición y el ensayo, requeridos para la correcta ejecución de los ensayos	El LCCAPE no tiene todos los materiales de vidriería, equipos y reactivos necesarios para la aplicación de los métodos de ensayo	Adquisición de dichos elementos e implementación de un programa de procedimientos para la utilización de dichos elementos en la aplicación de los métodos de ensayo	B, C,	S/14
5.6. REQUISITOS RELATIVOS A TRAZABILIDAD DE LAS MEDICIONES					
#	5.6. Requisitos relativos a trazabilidad de las mediciones	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
5.6.	Generalidades Todos los equipos utilizados para los ensayos se calibran antes de ser puestos en servicio	Aunque se calibran, no existe un programa de calibración que registre y asegure la trazabilidad de las mediciones	Diseñar un programa de calibración y mantenimiento de la trazabilidad de mediciones de equipos	B, C,	S/14
5.7. REQUISITOS RELATIVOS A MUESTREO					
#	5.7. Requisitos Respecto a Muestreo	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
5.7.2	Cuando se requiere desviaciones, adiciones o exclusiones del procedimiento de muestreo, no se registran en detalle y no se incluyen en todos los documentos que contengan los resultados	No se documenta ni se aplica un procedimiento	Documentar dicho procedimiento	B, C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

5.8. REQUISITOS RELATIVOS A MANIPULACIÓN DE LOS ÍTEMS DE ENSAYO O DE CALIBRACIÓN

#	5.8. Requisitos Respecto a Manipulación de los ítems de ensayo o de calibración	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
5.8.2	El laboratorio no tiene un sistema para la identificación de los ítems de ensayo	No tener un sistema o documento que exponga lo pertinente a los procedimientos de ensayo	Crear un Procedimiento de Operación Estándar de los cuatro métodos	C,	S/14
5.8.4	El laboratorio no tiene procedimientos e instalaciones apropiadas para evitar el deterioro, la pérdida o el daño del ítem de ensayo o de calibración durante el almacenamiento, la manipulación y la preparación	No se tiene una sección del laboratorio para el almacenamiento del reactivos y demás material de trabajo	Crear dicha sección, crear un programa para la manipulación adecuada de los reactivos y demás materiales	C,	S/14

5.9. REQUISITOS RELATIVOS AL ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD DE LOS RESULTADOS DE ENSAYO Y DE CALIBRACIÓN

#	5.9. Requisitos Respecto al Aseguramiento de la Calidad de los Resultados de Ensayo y de Calibración	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
5.9.1	El laboratorio no tiene procedimientos de control de la calidad para realizar el seguimiento de la validez de los ensayos	No existe un control de la calidad	Implementar un procedimiento de control de calidad	C,	S/14
5.9.2	Los datos de control de la calidad no se analizan y, si no satisfacen los criterios predefinidos, se toman las acciones planificadas para corregir el problema y evitar consignar resultados incorrectos	No existe un control de la calidad	Implementar un procedimiento de control de calidad	C,	S/14

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

5.10. REQUISITOS RELATIVOS A Informe De Los Resultados					
#	5.10. Requisitos Respecto a Informe de los Resultados	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
5.10	Si bien existe un formato para emanar resultados del LCCAPE, dicho procedimiento no cumple totalmente con lo estipulado en la norma.	No implementar la presente norma.	Diseñar un proceso con procedimientos e instructivos para la elaboración de informes de resultados obtenidos en LCCPE	C,	S/14
OPCIONES DE MEJORA PARA CUMPLIMIENTO DE Norma 17025:2005 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.					
#	4.1 REQUISITOS RESPECTO A LA ORGANIZACIÓN	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	F
4.1.4	El laboratorio es parte de una organización que desarrolla actividades distintas de las de ensayo. Se deben definir las responsabilidades del personal clave de la organización que participa o influye en las actividades de ensayo el laboratorio, con el fin de identificar potenciales conflictos de intereses.	Esta situación no es claramente definida en el LCCAPE porque la dirección tiene unas acciones administrativas y además aplica los ensayos de calidad. Para estas funciones solo existe una persona, por tanto es necesario evaluar la urgencia de un analista auxiliar para el desarrollo	Reformular organigrama.	A, B, C,	

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

		de dichas actividades.			
4.1.5.	Se tiene políticas y procedimientos para asegurar la protección de la información confidencial.	Sin embargo dicha confidencialidad no está claramente definida en el LCCAPE	Crear una cláusula de confidencialidad	C,	
#	REQUISITOS RESPECTO AL SISTEMA DE CONTROL DE DOCUMENTOS	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	U
4.3.1	EL LABORATORIO ESTABLECE Y MANTIENE PROCEDIMIENTOS PARA EL CONTROL DE TODOS LOS DOCUMENTOS QUE FORMAN PARTE DE SU SISTEMA DE GESTIÓN	Dichos procedimientos no son adecuados	Se soluciona al instaurar un sistema documental	C,	
#	REQUISITOS RESPECTO A REVISIÓN DE LOS PEDIDOS, OFERTAS Y CONTRATOS	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	U
4.4.4	Se informa de cualquier desviación con respecto al contrato	Es necesario formular un procedimiento para la retroalimentación del LCCAPE	Formular un procedimiento para la celebración de contratos	C,	
#	REQUISITOS RESPECTO A SERVICIO AL CLIENTE	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	U
4.7.1	El laboratorio está dispuesto a cooperar con los clientes para aclarar el pedido del cliente y para realizar el seguimiento del desempeño del laboratorio en relación con el trabajo realizado	Es necesario formular un procedimiento para la retroalimentación de información entre LCCAPE y quien solicite la información del LCCAPE	Se soluciona al instaurar un sistema documental	C,	
#	REQUISITOS RESPECTO A CONTROL DE LOS REGISTROS	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	U

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

4.1.3.1	Generalidades: El laboratorio establece y mantiene procedimientos para la identificación, la recopilación, la codificación, el acceso, el archivo, el almacenamiento, el mantenimiento y la disposición de los registros de la calidad y los registros técnicos	Establecer un sistema documental	Instaurar un sistema documental	C,	
4.13.1.4 Y 4.13.2.2	El laboratorio debe tener procedimientos para proteger y salvaguardar los registros almacenados electrónicamente y para prevenir el acceso no autorizado o la modificación de dichos registros	Dichos procedimientos no están automatizados o integrados en un sistema de gestión	Definir y documentar dichos procedimientos	C,	
#	5.2. Requisitos Respecto al Personal	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	L
5.2.1	La dirección del laboratorio asegura la competencia de todos los que operan equipos específicos, realizan ensayos o calibraciones, evalúan los resultados y firman los informes de ensayos y los certificados de calibración	No existe un procedimiento que permita tal aseguramiento.	Implementar una medida para la constante capacitación de los integrantes del LCCAPE.	A, B, C,	
#	5.5. Requisitos Respecto a Equipos	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	L
5.5.3	Los equipos son operados por personal autorizado	No existe un manual de operaciones estándar del cual establecer una copia física en LCCAPE	Se soluciona con el Manual Técnico	C,	

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

5. 5. 7	Los equipos que han sido sometidos a una sobrecarga o a un uso inadecuado, que den resultados dudosos, o se haya demostrado que son defectuosos o que están fuera de los límites especificados, se ponen fuera de servicio.	No existe un inventario claramente actualizado sobre los elementos de medición dados de baja.	Identificar y separar los elementos defectuosos. Registrar su baja y las razones.	C	
#	5.7. Requisitos Respecto a Muestreo	Fuente	Actividad de mejoramiento	R	L
5. 7. 1	El laboratorio tiene un plan y procedimientos para el muestreo	Se tiene un plan de muestreo pero no se documenta claramente ni se incluye en los procedimientos de operación estándar de los métodos	Diseñar un procedimiento, instructivo y registro de los datos experimentales obtenidos por el LCCAPE	C	
5. 7. 3	El laboratorio tiene procedimientos para registrar los datos y las operaciones relacionados con el muestreo que forma parte de los ensayos que lleva a cabo	No tener definido un procedimiento de registro de datos	Diseñar un procedimiento, instructivo y registro de los datos experimentales obtenidos por el LCCAPE	C	

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	Plan de Mejoramiento 17025:2005 Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

ANEXO C

MANUAL DE CALIDAD

Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-00/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

1 ORGANIZACIÓN

Es esta sección se establece la organización del Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable de Empoobando E.S.P (LCCAPE) para cumplir con los requerimientos de la sección 4.1. de la Norma 17025. Se especifica el organigrama del mismo dentro de una organización madre que es Empoobando E.S.P., la responsabilidad legal, la política de la empresa, la política de gestión de calidad del LCCAPE, los alcances del presente manual, la relación entre el personal del laboratorio y los procesos del sistema de gestión y una política de confidencialidad.

1.1 EMPOOBANDO E.S.P.

Es una empresa pública responsable de la gestión integral del recurso hídrico para brindar a los municipios de la Ex provincia de Obando una excelente calidad de servicios y de productos conexos generando responsabilidad social y sostenibilidad económica para la re inversión de recursos en nuestros proyectos.

Trabaja bajo la siguiente política de calidad.

- Garantizar la calidad, cobertura y continuidad en la prestación del servicio de acueducto y alcantarillado con la normatividad vigente.
- Garantizar un trato amable y cordial a nuestros usuarios y brindar información veraz y oportuna.
- Sensibilizar al usuario mediante campañas educativas sobre el uso racional del agua y los procesos internos de la empresa.
- Mejorar continuamente la eficiencia, eficacia y efectividad de los procesos a través del Sistema Integrado de Gestión (SIG) y de la Gestión Integral del Recurso Hídrico (GIRH).
- Garantizar la sostenibilidad financiera que permita la cobertura, calidad y continuidad del servicio.

1.2 LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE AGUA POTABLE (LCCAPE)

El laboratorio de control de calidad de agua potable es un subsistema de la empresa EMPOOBANDO. El laboratorio realiza los procedimientos de análisis de las características físicas, químicas y microbiológicas del agua para consumo humano y se encuentra autorizado por

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-00/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Resolución N° 004353 de 2013 del Ministerio de Protección Social de la República de Colombia para la realización de dichos procedimientos.

1.3 ALCANCES DEL PRESENTE MANUAL DE CALIDAD LCCAPE

Este manual está diseñado para la misión y objetivos del LCCAPE bajo las directrices de la norma internacional ISO/ IEC 17025 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración". LCCAPE es parte de una organización mayor EMPOOBANDO E.S.P. y por tanto, este manual conforma un subsistema que funciona conforme a las directrices generales ISO 9001.

El Sistema de Gestión de la Calidad definido en este manual incluye la gestión de la calidad referente a personal, instalaciones y condiciones ambientales, métodos de ensayo y de calibración, validación de los métodos, equipos, trazabilidad de las mediciones, muestreo y de la manipulación de los ítems de ensayo y de calibración dentro y solo dentro del LCCAPE. Este sistema no comprende acciones realizadas fuera de sus instalaciones permanentes o en instalaciones temporales o móviles asociadas.

El Sistema de Gestión de la Calidad establecido en este manual se conforma para los análisis de los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza.

1.4 POLÍTICA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD DEL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE AGUA POTABLE EMPOOBANDO E.S.P.

La *Política de gestión de la calidad del Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.* es garantizar la calidad de los ensayos de análisis fisicoquímico del agua potable en el sistema de distribución de agua de EMPOOBANDO E.S.P. a través del cumplimiento del presente sistema de gestión de calidad basado en la NTC-ISO/IEC 17025.

El LCCAPE asume un compromiso con la plena satisfacción de los clientes de la empresa, la calidad y fiabilidad en la realización de los ensayos fisicoquímicos y en sus resultados y la demostración de dicha capacidad a través de la acreditación del sistema de gestión.

Por tanto, se quiere abarcar este proceso con los siguientes objetivos:

- Aumentar el grado de confiabilidad de los resultados emitidos por el LCCAPE en el análisis del agua potable distribuida por Empoobando E.S.P.
- Cumplir con un sistema de gestión de calidad bajo la NTC-ISO/IEC 17025 con respecto a cada uno de sus requerimientos de gestión y técnicos.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

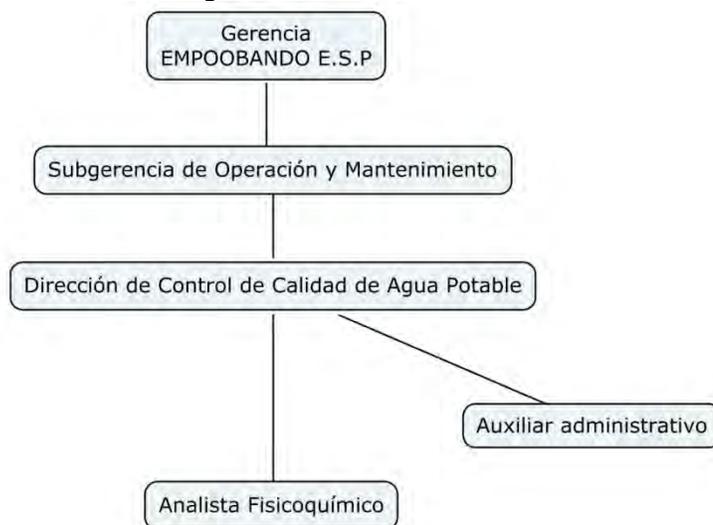
	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-00/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

- Proporcionar los recursos necesarios para asegurar la implementación del Sistema de Gestión de la Calidad y por ende prevenir, detectar y corregir sus posibles deficiencias.
- Asegurar la capacitación del personal involucrado en el Sistema de Gestión de la Calidad en todos los niveles.
- Conservar un ambiente de trabajo cálido, profesional y de constante participación de todos los entes del laboratorio para satisfacer los presentes objetivos.
- Participar en procesos de inter-calibración y someterse a un organismo de acreditación nacional con el fin de obtener resultados sobre el desempeño y eficacia del sistema de gestión.
- Gestionar información, tanto propia como la recabada de nuestros clientes, para prevenir fallos y mejorar continuamente la eficacia de la organización y de su Sistema de Gestión de la Calidad.
- Mejorar continuamente en base a la actualización científica, normativa y de contexto que se genere en el tiempo.

1.5 FUNCIÓN DE LCCAPE DENTRO DE LA EMPRESA

1.6 ORGANIZACIÓN

El organigrama del LCCAPE es el siguiente



Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-00/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Subgerencia de Operación y Mantenimiento:

Título: Profesional en Ingeniería civil
Responsabilidad: Definidas por la alta gerencia
Autoridad: Definidas por la alta gerencia
Interrelación: Definidas por la alta gerencia

Dirección de Control de Calidad de Agua potable:

Perfil: Profesional Universitario en el área de laboratorio – Ingeniería Química

Responsabilidad:

Coordinar y supervisar las diferentes acciones para el cumplimiento del sistema de gestión de la calidad y la funcionalidad del laboratorio en el control de calidad de agua potable de Empoobando E.S.P. a fin de satisfacer las necesidades de la empresa y sus clientes.

Su responsabilidad son los procesos Dirección los cuales son procesos de organización hacia una mejor gestión de las actividades del laboratorio.

- Planificación del Sistema de Gestión de Calidad
- Revisión por la dirección

Autoridad:

Evaluar el sistema de gestión de calidad y determinar si los procesos del sistema de gestión se ajustan a la normatividad y las directrices establecidas de antemano. Proponer las acciones correctivas y de mejoramiento del sistema de gestión. Aprobar nuevos procedimientos con el fin de mejorar el sistema de gestión

Por tanto debe encargarse de los procesos de Medición Análisis y Mejora: Estos procesos son los que generan información sobre el desempeño del Sistema de Gestión de Calidad. Entre los procesos de medición análisis y mejora se incluye:

- Auditoría interna
- Acciones correctivas
- Acciones preventivas
- Control de documentos
- Control de registros
- Control de trabajo no conforme

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-00/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

- Continuo mejoramiento.

Interrelación:

Gestionar ante la gerencia y subgerencia de operación y mantenimiento los recursos necesarios para el buen funcionamiento del laboratorio y su sistema de gestión. Coordinar, evaluar y mejorar los procesos en los que interviene el auxiliar administrativo y el analista fisicoquímico

Auxiliar administrativo:

Perfil: Técnico administrativo

Responsabilidad: Interactúa con todos los procesos de Apoyo: Son procesos que apoyan a los demás procesos para lograr el mantenimiento y la efectividad del Sistema de Gestión de Calidad. Entre los procesos de apoyo se incluye:

- Compras
- Enfoque al cliente
- Mantenimiento
- Recursos humanos
- Recursos físicos

Autoridad: Mantener relaciones continuas con usuarios del servicio y frecuentes con instituciones y organismos públicos y privados, a fin de apoyar y/o ejecutar lo relativo al área.

Interrelación:

Coordinar con la dirección de Control de Calidad de Agua potable sobre todos los recursos, procesos y actividades de apoyo del sistema de gestión y ejecutarlas.

Analista fisicoquímico: Profesional en Química.

Título: Profesional en Química

Responsabilidad

Es responsable de los procesos que contribuyen directamente en la ejecución de las acciones de ensayo dentro del laboratorio. Entre los procesos técnicos se incluye:

- Programación del servicio

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-00/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

- Recepción de muestras
- Realización de las pruebas
- Análisis y reporte de resultados
- Entrega de Resultados

Autoridad:

Es el encargado de evaluar, supervisar y validar los ítems de ensayo dentro del laboratorio. Debe ejercer el control de la calidad de los ensayos y acciones dentro del laboratorio.

Interrelación:

Coordinar con la dirección de Control de Calidad de Agua potable todo lo necesario para el mantenimiento, control y mejoramiento de los procedimientos técnico-científicos dentro del laboratorio. Además, se le delega como sustituto del personal directivo clave en caso de ser necesario.

1.7 POLÍTICA DE CONFIDENCIALIDAD

Todo el personal correspondiente a LCCAPE tiene el compromiso de confidencialidad de la documentación del SGC y de toda la información resultante en el LCCAPE. Dicha información obtenida en el LCCAPE se usará con fines exclusivos de Empoobando E.S.P.

Todo el personal de LCCAPE debe declarar su confidencialidad.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-00/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

DECLARACION DE CONFIDENCIALIDAD

Por la presente declaración, _____, miembro del personal del LCCAPE en función de _____, se compromete formalmente a guardar el debido secreto profesional y salvaguardar la confidencialidad de la información concerniente al Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.

Firma del declarante

Fecha

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-02/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Sistema de gestión de Calidad 17025	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

2 SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD 17025 (SGC)

En esta sección se define el sistema de gestión de calidad 17025 asumido por LCCAPE con el fin de dar cumplimiento a los requerimientos de la sección 4.2 de la norma base.

Sistema de gestión de calidad 17025 del LCCAPE

El Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. establece un sistema de gestión de calidad (SGC) 17025 por medio del presente Manual de Calidad LCCAPE. Este SGC está diseñado según las actividades y misión del LCCAPE dentro de EMPOOBANDO E.S.P.

En este manual, se documentan las políticas, sistemas, procesos (incluyendo todos los procesos técnicos), procedimientos e instrucciones necesarias para asegurar la calidad de los ensayos de los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza.

Esta documentación deberá ser comunicada al personal de Gerencia, Subgerencia de Operación y Mantenimiento, Dirección del LCCAPE, Analista fisicoquímico y auxiliar administrativo.

La gerencia de EMPOOBANDO evidencia un compromiso con el desarrollo, implementación y mejora del SGC por medio de la política de la empresa como de la política del LCCAPE. Además, comunica constantemente la necesidad de satisfacer los requisitos normativos como los requerimientos de los clientes y de la empresa misma.

El director del LCCAPE es el responsable de la calidad y su aseguramiento y del mantenimiento, evaluación y mejora del SGC 17025. Su sustituto como agente de calidad provisional es el analista fisicoquímico.

Todos los cambios que se hagan en este manual de calidad deben ser revisados y aprobados por la gerencia.

Estructura del Sistema de Calidad

El SGC 17025 de LCCAPE se compone a través de la construcción del Manual de calidad de LCCAPE en cumplimiento de la NTC –ISO/IEC 17025 que corresponde a los “*Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*”. Esta correspondencia se evidencia por la tabla de referencias cruzadas del anexo A.

El presente manual de la calidad está conformado por:

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-02/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Sistema de gestión de Calidad 17025	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Manual de Gestión LCCAPE

En dicho manual se establecen el cumplimiento de los requerimientos que la norma 17025 establece para la implementación de un buen sistema de gestión y que se estipulan en los 14 ítems de la cuarta sección de la norma.

Los procesos que se establecen en el manual de gestión son:

Procesos de Dirección: planificación del Sistema de Gestión de Calidad y revisión por la dirección;
Procesos de Apoyo: Compras, Enfoque al cliente, Mantenimiento, Recursos humanos, Recursos físicos;
Procesos de Medición Análisis y Mejora: Auditoría interna, Acciones correctivas, Acciones preventivas, Control de documentos, Control de registros, Control de trabajo no conforme, Continuo mejoramiento.

Manual Técnico LCCAPE

En dicho manual se establecen el cumplimiento de los requerimientos que la norma 17025 establece para una buena gestión técnica del LCCAPE y que se estipulan en los 10 ítems de la quinta sección de la norma.

Los procesos que se establecen en el manual técnico son:

Procesos Técnicos: Programación del servicio, Recepción de muestras, Realización de las pruebas, Análisis y reporte de resultados, Entrega de Resultados.

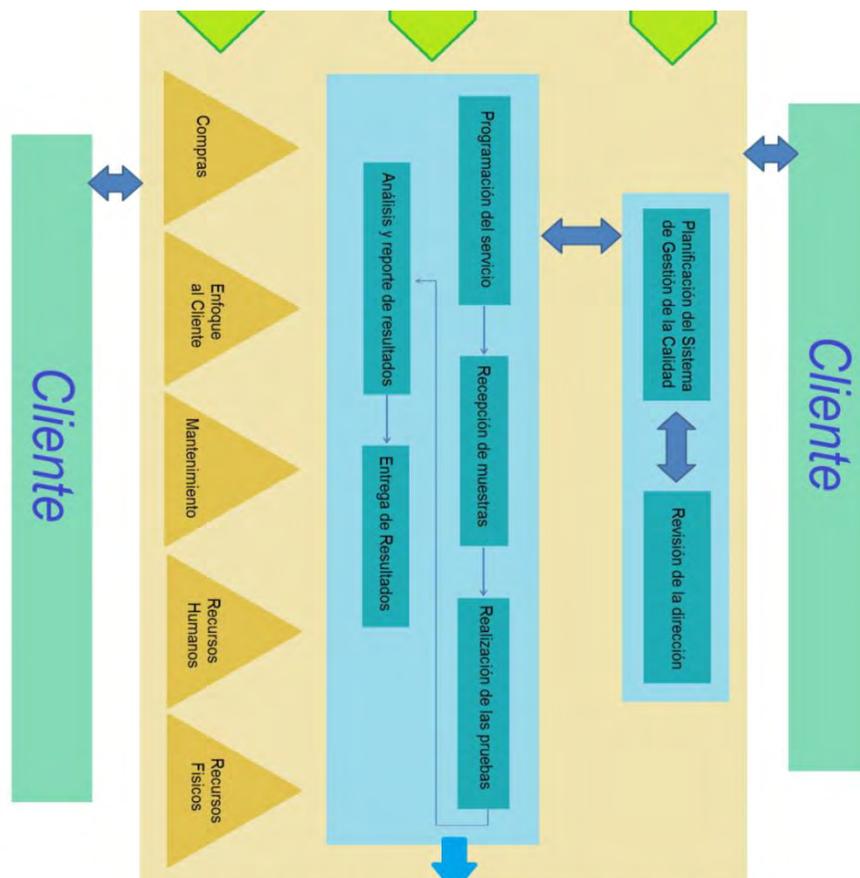
2.1 MAPA DE PROCESOS

El modelo elegido para el mantenimiento y mejora del SGC se basa en un ciclo PHVA (Planificar – Hacer-Verificar-Actuar). Los procesos se clasifican y desarrollan de la siguiente manera.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-02/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Sistema de gestión de Calidad 17025	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10



2.2 PROCESOS DE GESTIÓN DE CALIDAD.

Procesos de Dirección: Estos procesos orientan a la organización hacia una mejor gestión de sus actividades. Entre los procesos de dirección se incluye:

- Planificación del Sistema de Gestión de Calidad
- Revisión por la dirección

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-02/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Sistema de gestión de Calidad 17025	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Procesos Técnicos: Estos procesos contribuyen directamente en la provisión del servicio. Entre los procesos técnicos se incluye:

- Programación del servicio
- Recepción de muestras
- Realización de las pruebas
- Análisis y reporte de resultados
- Entrega de Resultados

Procesos de Apoyo: Estos procesos brindan soporte a los demás procesos para lograr la eficacia y eficiencia del Sistema de Gestión de Calidad. Entre los procesos de apoyo se incluye:

- Compras
- Enfoque al cliente
- Mantenimiento
- Recursos humanos
- Recursos físicos

Procesos de Medición Análisis y Mejora: Estos procesos son los que generan información sobre el desempeño del Sistema de Gestión de Calidad. Entre los procesos de medición análisis y mejora se incluye:

- Auditoría interna
- Acciones correctivas
- Acciones preventivas
- Control de documentos
- Control de registros
- Control de trabajo no conforme
- Continuo mejoramiento.

3 SISTEMA DE CONTROL DE DOCUMENTOS

En esta sección del manual se establece el sistema de control de documentos de todo el sistema de gestión de calidad para el LCCAPE. Se recoge dentro del sistema todos los documentos que usa el LCCAPE para asegurar la calidad de los resultados y de su buen funcionamiento. Con esta sección se da cumplimiento a los requerimientos de la sección 4.3 de la norma 17025.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-03/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Sistema Control de Documentos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

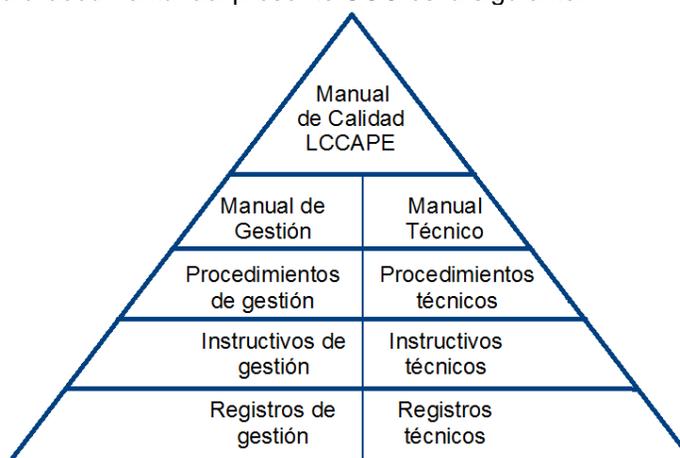
3.1 ESTRUCTURA DE LA DOCUMENTACIÓN

La estructura de la documentación del SGC se basa en la aplicación de un manual de calidad compuesto por un manual de gestión y un manual técnico.

El manual de gestión establece los procesos de gestión principales del SGC como son procesos de Dirección, Procesos de Apoyo y los Procesos de Medición Análisis y Mejora que responden a los requerimientos de la sección 4 de la norma 17025. En este manual también se incluyen los documentos que establecen los procedimientos, los instructivos y los registros del SGC con respecto a la gestión.

El manual técnico establece los Procesos Técnicos que responden a los requerimientos de la sección 5 de la norma 17025. En este manual también se incluyen los documentos que establecen los procedimientos, los instructivos y los registros del SGC con respecto al funcionamiento técnico.

Por tanto, la estructura documental del presente SGC es la siguiente:



3.2 PROCEDIMIENTO DE DOCUMENTACIÓN

Este documento establece el procedimiento para la elaboración, revisión y aprobación de los documentos de gestión y técnicos del SGC del LCCAPE.

Se aplica a todos los documentos de procedimientos que se gestionen dentro del LCCAPE.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-01/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de documentación	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

3.2.1 Elaboración, revisión y aprobación de documentos

Documentos de gestión

Elaboración:

El manual de calidad y todos sus documentos son elaborados por el agente de calidad según las necesidades de cumplimiento del LCCAPE frente a la norma 17025 y la normatividad competente (resolución 2115, decreto 1575).

Revisión:

Todos los documentos deben ser revisados por todo el personal con el fin de establecer una retroalimentación en la información y una mejora en los documentos propuestos. En la revisión, se debe tener en cuenta la normativa pertinente y las necesidades de cumplimiento del LCCAPE.

Aprobación:

Todos los documentos deben ser aprobados por la gerencia sin dejar de tener en cuenta las normativas pertinentes de la empresa, las obligaciones, las necesidades del LCCAPE y la mejora como objetivo constante.

Documentos técnicos

Elaboración:

El manual técnico todos sus documentos son elaborados por el agente de calidad y el analista fisicoquímico según las necesidades de cumplimiento del LCCAPE frente a la norma 17025 y la normatividad competente (resolución 2115, decreto 1575). Esto incluye toda la documentación necesaria para la ejecución de los ensayos fisicoquímicos de análisis de agua potable y los procedimientos para la funcionalidad técnica del laboratorio.

Revisión:

Estos documentos deben ser revisados por todo el personal con el fin de establecer una retroalimentación en la información y una mejora en los documentos propuestos. En la revisión, se debe tener en cuenta la normativa pertinente y las necesidades de cumplimiento del LCCAPE.

Aprobación:

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-01/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de documentación	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Todos los documentos deben ser aprobados por la gerencia sin dejar de tener en cuenta las normativas pertinentes de la empresa, las obligaciones, las necesidades del LCCAPE y la mejora como objetivo constante.

3.2.2 Disposición de los documentos

Disposición del Manual de Gestión

Disposición física: El manual de gestión debe tener dos copias físicas legibles. Una copia en archivo y otra disponible para el personal. Una copia en medio magnético archivada cuyo acceso solo es permitido por el agente de calidad.

Examen periódico: El manual de gestión es examinado cada tres meses y se lo debe modificar para asegurar la adecuación y cumplimiento continuos de los requisitos del LCCAPE.

Retiro de documentos obsoletos: A partir del examen periódico se establece que documentos son inválidos u obsoletos y se eliminarán de cada copia física o magnética. La eliminación de los documentos significa su preservación bajo un anexo de documentos eliminados debidamente rotulados como obsoletos.

Disposición del Manual Técnico

Disposición física: El manual técnico debe tener tres copias físicas legibles. Una copia en archivo, la segunda disponible para el analista fisicoquímico y otra en las instalaciones del laboratorio. Una copia en medio magnética archivada cuyo acceso solo es permitido por el agente de calidad y/o el analista fisicoquímico.

Examen periódico: El manual de gestión es examinado cada tres meses por parte del analista fisicoquímico y del agente de calidad. Se lo debe modificar para asegurar la adecuación y cumplimiento continuos de los requisitos del LCCAPE.

Retiro de documentos obsoletos: A partir del examen periódico se establece que documentos son inválidos u obsoletos y se eliminarán de cada copia física o magnética. La eliminación de los documentos significa su preservación bajo un anexo de documentos eliminados debidamente rotulados como obsoletos.

3.2.3 Modificación, aprobación y distribución de las nuevas modificaciones

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-01/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de documentación	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

El Manual de Calidad se revisará por el Agente de la Calidad del LCCAPE cada tres o seis meses. Esta revisión se debe a las revisiones trimestrales, auditorías semestrales, sugerencias de Organismos de Acreditación y modificaciones en la normativa pertinente.

Según la revisión, se aplicarán las modificaciones necesarias y se realizará el mismo procedimiento para la elaboración, revisión y aprobación de un documento nuevo.

Después de la modificación, se retiran las copias viejas del manual de calidad y se eliminan. Posteriormente, se dispone el manual de calidad modificado para su ejecución constante.

3.2.4 Tipo e identificación de documentos

Los documentos establecidos en este sistema de gestión se clasifican en:

Proceso: Son documentos que caracterizan los procesos del sistema de gestión. En ellos se establece: un objetivo de proceso, la descripción del proceso y las pautas generales para llevarlo a cabo con calidad. Dentro de ellos también se documentan las políticas. Se establece la siguiente notación para los procesos establecidos dentro del manual de gestión ó técnico:

MG – XX/LCCAPE	MT – XX/LCCAPE
Revisión ##	Revisión ##
Inicio de vigencia	Inicio de vigencia

Dónde:

MG: Manual de gestión.

MT: Manual técnico.

XX: es el numeral o ítem dentro del manual de gestión o técnico.

LCCAPE: Laboratorio de Control de calidad de agua potable de Empoobando.

Revisión ##: El consecutivo de la revisión.

Inicio de vigencia: La fecha de aprobación.

Procedimiento: Estos documentos establecen la secuencia general de actividades para ejecutar un proceso. Además, establece una interrelación entre procesos, personal y procesos y el flujo de información entre ellos.

Se establece la siguiente notación para los procedimientos establecidos dentro del manual de gestión ó técnico:

PG – XX/LCCAPE

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-01/LCCAPE Revisión: 0
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de documentación	Inicio de vigencia: 2015-01-10

	PT – XX/LCCAPE Revisión ## Inicio de vigencia
Revisión ## Inicio de vigencia	

Dónde:

PG: Procedimiento de gestión.

PT: Procedimiento técnico.

XX: es el numeral o ítem dentro del manual de gestión o técnico.

LCCAPE: Laboratorio de Control de calidad de agua potable de Empoobando.

Revisión ##: El consecutivo de la revisión.

Inicio de vigencia: La fecha de aprobación.

Instructivo: Estos documentos consignan las instrucciones específicas para realizar una actividad.

Se establece la siguiente notación para los instructivos establecidos dentro del manual de gestión ó técnico:

IG – XX/LCCAPE Revisión ## Inicio de vigencia	IT – XX/LCCAPE Revisión ## Inicio de vigencia
--	--

Dónde:

IG: Procedimiento de gestión.

IT: Procedimiento técnico.

XX: es el numeral o ítem dentro del manual de gestión o técnico.

LCCAPE: Laboratorio de Control de calidad de agua potable de Empoobando.

Revisión ##: El consecutivo de la revisión.

Inicio de vigencia: La fecha de aprobación.

Registros: Formatos diseñados para que al ser diligenciados presenten resultados e información en forma organizada, completa y legible con el propósito de comunicar información, almacenarla y permitir la trazabilidad de actividades y elementos.

Se establece la siguiente notación para los registros establecidos dentro del manual de gestión ó técnico:

RG – XX/LCCAPE Revisión ## Inicio de vigencia
--

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.		Identificación PG-01/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN		Revisión: 0
	Procedimiento	RT - XX/LCCAPE Revisión ## Inicio de vigencia	Inicio de vigencia: 2015-01-10

Dónde:

RG: Procedimiento de gestión.

RT: Procedimiento técnico.

XX: es el numeral o ítem dentro del manual de gestión o técnico.

LCCAPE: Laboratorio de Control de calidad de agua potable de Empoobando.

Revisión ##: El consecutivo de la revisión.

Inicio de vigencia: La fecha de aprobación.

3.2.5 Responsable

El responsable de llevar el control de documentos es la dirección del LCCAPE. En lo técnicamente plausible, debe apoyarse en el auxiliar administrativo, por ejemplo en la gestión de registros e instructivos.

4 Revisión de los Pedidos, Ofertas Y Contratos

En la presente sección se establece para llevar a cabo la revisión de las solicitudes, ofertas y contratos generados en el laboratorio y que se conforman como un contrato de ensayo. Se establece esta sección para dar cumplimiento a la sección 4.4 de la norma 17025.

Se aplica a todas las solicitudes de ensayo dirigidas a LCCAPE.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-04/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Revisión de los Pedidos, Ofertas Y Contratos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Se tienen en cuenta que: Los métodos a utilizar para la evaluación de los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza se encuentran documentados en el manual técnico y se cuenta con el personal adecuado para la manipulación de estos ensayos. Además, se cuenta con los recursos necesarios para la aplicación de estos métodos de ensayo.

Se documentan registros para las revisiones de las solicitudes de ensayo: RG-##. Ninguno de los ensayos para el análisis de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza se va a subcontratar.

Si se presenta alguna desviación con respecto a la solicitud inicial de ensayo, esta es informada y acordada con el cliente. Toda modificación a la solicitud inicial ejecutada después de haber realizado la ejecución de pruebas tiene que repetir el mismo proceso de revisión y contrato y debe comunicarse.

Para llevar a cabo este proceso se cuenta con un procedimiento.

4.1 PROCEDIMIENTOS DE REVISIÓN DE LOS PEDIDOS, OFERTAS Y CONTRATOS

Este documento establece el procedimiento para revisar los pedidos, ofertas y contratos solicitados al LCCAPE.

Es aplicable a todas las solicitudes de análisis de agua potable en los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-02/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimientos de Revisión de los Pedidos, Ofertas Y Contratos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

4.1.1 Revisión de las Solicitudes, Ofertas y contratos.

Revisión de la Solicitud

1. Toda solicitud de análisis debe ser realizada formalmente por escrito y será entregada a la dirección del LCCAPE para su revisión. Dicha solicitud debe contener información respecto a las características del ensayo.
2. Debe entregarse al solicitante una copia firmada de recepción de la solicitud.
3. Se debe seleccionar el método apropiado para el cumplimiento del ensayo y verificar si existen los recursos necesarios para la correcta ejecución del ensayo con el analista fisicoquímico.
4. La dirección del LCCAPE debe comunicar a la oficina jurídica de Empoobando E.S.P. sobre la viabilidad de ejecutar el ensayo dentro del LCCAPE y sugerir la aprobación o negación del servicio.

La oficina jurídica analizará los aspectos legales, contractuales y administrativos de la solicitud

5. La oficina jurídica dará una aprobación para emanar una oferta de servicio a la dirección del LCCAPE quien revisará y entregará dicha oferta al solicitante.
6. Todas las solicitudes de ensayo deben ser conservadas en una carpeta en la biblioteca del laboratorio.

Revisión de la Oferta

Se revisa que la oferta se encuentre correctamente documentada y cumpla con las especificaciones de la solicitud de ensayo.

Revisión del contrato

Si el cliente o solicitante acepta la oferta de ensayo, se emite el correspondiente contrato desde la oficina jurídica.

Si existen diferencias entre el pedido, la oferta y el contrato, la ejecución del servicio no debe ser realizada y debe revisarse el contrato nuevamente. Dicha revisión incluye: la verificación de los recursos físicos y humanos para ejecutar el ensayo, la documentación necesaria y otros que sean respectivos.

El cliente o solicitante debe ser informado de dichas desviaciones referentes al contrato.

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-02/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimientos de Revisión de los Pedidos, Ofertas Y Contratos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

4.1.2 Registros

Todos los documentos que se generan al aplicar este procedimiento son archivados en cuatro carpetas distintas correspondientes a:

- Solicitud de ensayo
- Ofertas de ensayo
- Contratos de ensayo
- Modificaciones a los contratos

Estos archivos deben almacenarse en la biblioteca del laboratorio y estar a disposición del cliente si dicha información es requerida.

5 Compras de Servicios y de Suministros

En esta sección se establece el procedimiento para la selección y compra de suministros y servicios necesarios para el buen funcionamiento del LCCAPE que corresponde al cumplimiento del requerimiento 4.6 de la norma 17025.

Se establece un procedimiento para la compra, la recepción y el almacenamiento de reactivos y materiales consumibles de laboratorio que se necesiten para la ejecución de los ensayos de análisis de los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-05/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Compras de Servicios y de Suministros	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Se establece un procedimiento de evaluación de proveedores de los suministros del laboratorio.

Clasificación de suministros:

Los suministros que se presentan en el LCCAPE se clasifican en:

- Insumos de oficina: Todos los insumos necesarios para el trabajo en la oficina del laboratorio y que obedecen a procesos administrativos.
- Reactivos: Son todos los materiales químicos que se usan en el mantenimiento, la ejecución y la calibración de los métodos de ensayo dentro del LCCAPE
- Material de vidriería: Son todos los materiales de vidriería que se usan en el mantenimiento, la ejecución y la calibración de los métodos de ensayo dentro del LCCAPE.
- Equipos: Son todos los equipos que se usan en el mantenimiento, la ejecución y la calibración de los métodos de ensayo dentro del LCCAPE.

5.1 PROCEDIMIENTO PARA COMPRAS DE SERVICIOS Y DE SUMINISTROS

Las necesidades de compra del LCCAPE deberán ser comunicadas a la dirección del laboratorio con anticipación razonable al agotamiento o necesidad del recurso.

1. Necesidades de compra: La dirección del LCCAPE es la responsable de verificar que recursos se han agotado, que nuevos recursos son necesarios, que equipos se hayan estropeados, que equipos pueden repararse y demás necesidades. Estas necesidades se determinan a final de cada mes para su respectiva gestión.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-03/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento para Compras de Servicios y de Suministros	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

2. Gestión de compra: Se establece un inventario de necesidades de compra a través del formato de registro de necesidades de compra que tiene implementado Empoobando E.S:P. donde se debe añadir la siguiente información:

- Características técnicas
- Proveedor
- Fecha de necesidad de suministro
- Adicionales

Dicho inventario es entregado a la sección de almacén de Empoobado E.S.P para su respectiva gestión y ejecución.

4. Almacenamiento: Una vez recibido el producto, se realiza la inspección del suministro y se evalúa si corresponde con las condiciones de calidad necesarias para el buen funcionamiento del LCCAPE. Este procedimiento es realizado por el analista fisicoquímico.

Posteriormente, se dispone en la sección de almacenamiento de reactivos y vidriería con el fin de evitar su deterioro bajo el instructivo IG-01/LCCAPE.

5.2 INSTRUCTIVO DE ALMACENAMIENTO DE SUMINISTROS LCCAPE

Este instructivo establece los pasos y acciones necesarias para el buen almacenamiento de suministros del LCCAPE. Se aplica a todos los suministros que se proporcionen al LCCAPE.

1. Clasificación: Se clasifica el suministro como insumos de oficina, reactivos, material de vidriería, equipo.

2.- Disposición:

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación IG-01/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Instructivo de almacenamiento de suministros	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Insumos de oficina: Se disponen dentro de las instalaciones administrativas del Laboratorio.

Reactivo: Se dispone dentro de la sala de almacenamiento de reactivos y vidriería.

Material de vidriería: Se dispone dentro de la sala de almacenamiento de reactivos y vidriería.

Equipo: Se dispone dentro del Laboratorio.

3.- Revisión y almacenamiento: El analista fisicoquímico realiza la revisión de reactivos, material de vidriería y equipos.

3.1. Revisión de Reactivos.

Se debe verificar que los reactivos cumplan con las condiciones establecidas en las órdenes de compra. Entre otros lineamientos deben:

3.1.2. Todo envase de reactivos debe llevar obligatoriamente, de manera legible e indeleble, una etiqueta bien visible que contenga las distintas indicaciones que se muestran en las siguientes figuras:



The diagram shows a chemical label for Sodium Nitrite (PA ACS) with various fields highlighted by callouts:

- Pictogramas:** Points to the hazard pictograms (Oxidizing, Corrosive, Toxic, Environment).
- Nombre y calidad:** Points to the product name and quality (Sodio Nitrito PA-ACS).
- Riqueza:** Points to the purity information (500 g).
- Frases R, Frases S:** Points to the hazard and safety phrases.
- Fórmula y peso molecular:** Points to the chemical formula (NaNO₂) and molecular weight (M.=69,00).
- Impurezas:** Points to the table of maximum limits of impurities.

Impurity	Limit (%)
Insoluble matter in H ₂ O	0.003 %
Chloride (Cl)	0.002 %
Sulfate (SO ₄)	0.005 %
Heavy metals (as Pb)	0.001 %
As	0.00004 %

3.1.3 Tener los seguros de embalaje en buen estado y una fecha de caducidad apropiada para el funcionamiento del LCCAPE.

Posteriormente, se debe registrar el reactivo en la matriz de compatibilidad (Anexo A) del LCCAPE y administrarlo según dicha matriz. Si se presenta alguna desviación o el producto no presenta las características deseables se debe informar a la dirección del LCCAPE.

3.2. Revisión de material de vidriería

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación IG-01/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Instructivo de almacenamiento de suministros	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Se debe asegurar que el material de vidriería se encuentre en buen estado, esto es: sin ralladuras, sin fragmentaciones y con la especificación del tipo de calidad.

Se debe registrar los certificados de calibración del material.

Se almacena dentro de la sala de almacenamiento de reactivos y vidriería.

3.3. Revisión de equipos

Se especifica en el manual técnico.

6 Servicio al Cliente

Esta sección se establece para dar cumplimiento a la sección 4.7 de la norma 17025.

El LCCAPE está dispuesto a cooperar con los clientes y sus representantes para aclarar el pedido del cliente y para realizar el seguimiento del desempeño del laboratorio en relación con el trabajo realizado.

El LCCAPE procura obtener información de retorno, tanto positiva como negativa, de sus clientes. La información de retorno se utiliza y analiza para mejorar el sistema de gestión, las actividades de ensayo y calibración y el servicio al cliente.

Para ello se cumple con el siguiente procedimiento.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-06/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Servicio al Cliente	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

6.1 PROCEDIMIENTO DE SERVICIO AL CLIENTE

El procedimiento de servicio al cliente por parte del LCCAPE comprende tres ítems:

1. Atención y cooperación

Se debe disponer un servicio de atención eficaz y eficiente para propiciar una comunicación, asesoramiento y orientación excelentes en cuestiones técnicas y administrativas respecto al servicio prestado y también, brindar un asesoramiento con respecto a los resultados emanados.

Se debe informar al cliente constantemente sobre el tiempo de ensayo, la ejecución del mismo y reportar inmediatamente cualquier retraso o desviación importante que se presente.

Esta atención y cooperación debe ser propiciada por la dirección del laboratorio y el auxiliar administrativo. Para que esto se cumpla, se debe capacitar a todo el personal sobre el presente manual de gestión.

3. Quejas

Se informarán de los trabajos no conformes por medio del registro de quejas (RG-01), el cual será debida y constantemente estudiado por la dirección y analista fisicoquímico del LCCAPE para que las no conformidades que generaron la queja no se vuelvan a repetir y tomar las medidas pertinentes. Además, se debe informar al cliente de la mejora realizada.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-04/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de Servicio al Cliente	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

4. Encuestas de satisfacción del cliente:

Se realizarán encuestas de satisfacción a los clientes al término de la entrega de resultados y finalización del contrato. Esta información de retorno es analizada por la Dirección del LCCAPE para mejorar el sistema de Gestión de la calidad, las actividades de ensayo y el servicio al cliente.

Encuesta de satisfacción del cliente					
<i>Estimado cliente, La información sobre su grado de satisfacción es de vital importancia para mejorar nuestro servicio. Por favor, colabórenos al responder la siguiente encuesta</i>					
Respecto al servicio prestado					
Valore del 1 al 5 (1: pésimo, 2: malo, 3: normal, 4: Bueno, 5: Excelente) los siguientes aspectos					
Aspecto del servicio	1	2	3	4	5
Información brindada para la obtención del servicio					
Tiempo de realización del servicio					
Presentación en Informe de Resultados					
Respuesta ante eventual reclamación					
Observaciones adicionales y sugerencias:					

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación IG-02/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Encuesta de satisfacción del cliente	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Gracias por su colaboración

7 Quejas

Esta sección establece una política y un procedimiento para la resolución de las quejas recibidas de los clientes o de otras partes en cumplimiento a la sección 4.8 de la norma 17025.

Se mantienen registros de todas las quejas dirigidas al LCCAPE. Para gestionar las quejas de los clientes o solicitante y su debida acción correctiva, se establece el siguiente procedimiento.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-07/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Quejas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

7.1 PROCEDIMIENTO PARA GESTIONAR QUEJAS EN LCCAPE

El manejo de las quejas del cliente será el siguiente:

7.1.1 Para presentar una queja sobre el servicio prestado, el cliente debe revisar y diligenciar el registro de quejas RG-01. Este formato será entregado por el auxiliar administrativo para dicho diligenciamiento.

7.1.2. El cliente debe entregar el formato de queja diligenciado al auxiliar administrativo, quien entregará copia firmada y almacenara en archivo para que la dirección tome las acciones necesarias.

7.1.3. El auxiliar administrativo informará a la dirección del LCCAPE.

7.1.4. Según el procedimiento PG-06/LCCAPE, la dirección tomara las acciones correctivas y dará respuesta a la queja.

7.1.5. La respuesta de queja debe ser informada por escrito al cliente reclamante.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-05/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento para gestión de Quejas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Registro de Quejas N°	Fecha
-----------------------	-------

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RG-01/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Registro de Quejas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Datos del cliente	
Empresa	
Nombre de representante	
Dirección	
Teléfono	
Correo	
Servicio contratado	
Motivo de la queja	
Firma de cliente	

7.2 REGISTRO DE QUEJAS

8 Control de Trabajos de Ensayos No Conformes

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empobando @ hotmail.com](mailto:empobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-08/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Control de Trabajos de Ensayos No Conformes	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

En esta sección se establece el procedimiento ante los trabajos de ensayo no conformes con los requisitos acordados con el cliente o solicitante o con los requisitos impuestos por este sistema de gestión en cumplimiento de la sección 4.9 de la norma 17025.

Este control consiste en una evaluación de los registros de quejas y de los trabajos de ensayo no conformes del LCCAPE y la asignación de una acción correctiva para asegurar que dicha no conformidad no se vuelva a repetir.

Para ello, se establece un procedimiento para la identificación, estudio y corrección de una no conformidad. La identificación consiste en la clasificación de la no conformidad dentro de los siguientes tipos:

a) Administrativa: que corresponde a un incumplimiento o insatisfacción a nivel administrativo como puede ser la emanación de las ofertas de ensayo o del contrato y la atención al cliente.

b) Técnica: que corresponde a un incumplimiento dentro de lo establecido por el contrato respecto a las condiciones del ensayo, la presentación de los resultados y la ejecución del servicio.

8.1 PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE TRABAJOS DE ENSAYOS NO CONFORMES

El LCCAPE gestiona las no conformidades bajo el siguiente procedimiento:

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-06/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de Control de Trabajos de Ensayos No Conformes	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Identificación de la no conformidad: Toda No Conformidad será Identificada bajo “Registro de No Conformidad”. Al identificar una no conformidad, todos los procedimientos tanto administrativos como técnicos que sean concernientes a dicha no conformidad se detienen.

Estudio de la no conformidad: La Dirección de Control de Calidad identifica la no conformidad y determina si la no conformidad es de tipo administrativo o técnico. Si es de tipo administrativo, la debe verificar con el auxiliar administrativo. Si es de tipo técnico, se debe convocar al analista fisicoquímico y se determinan las causas de la no conformidad y los efectos en el desarrollo de un procedimiento de ensayo, equipo o la trazabilidad de algún resultado.

Determinación de una acción correctiva: Con causas determinadas de la no conformidad, se prepara una acción correctiva tanto para salvaguardar la calidad de los resultados ya obtenidos, los equipos y demás elementos como para evitar la reincidencia en el mismo error.

Si existen trabajos realizados se determina si son aceptables. Para ello se clasifican en:

Aceptados: El trabajo realizado no presenta una afección a la trazabilidad y se demuestra que su calidad es óptima

Modificados: El trabajo realizado presenta una afección y se corrigen los datos directamente relacionados con la trazabilidad. Son obtenidos después de la acción correctiva.

Rechazados o invalidados: Son aquellos trabajos en los cuales el error ha sido grave y la información que ofrecen resulta inútil. De ellos se debe comprobar que su desviación es una afección irreversible.

Cumplimiento de la acción correctiva: El Analista fisicoquímico y la Dirección de Control de Calidad, deben realizar la acción correctiva y asegurar el cumplimiento de la misma en unos plazos determinados en el documento de no conformidad.

Revisión del cumplimiento de la acción correctiva: La Dirección de Control de Calidad debe verificar que se han realizado las acciones correctivas en su totalidad.

Cierre de la No conformidad: Después de la identificación, estudio y corrección de la no conformidad, la dirección de control de calidad debe culminar el informe de la misma y cerrarlo con su respectivo registro.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-06/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de Control de Trabajos de Ensayos No Conformes	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Registro: Se deben registrar y archivar todos los Registros de No Conformidad que se enumerarán en el orden cronológico.

8.2 REGISTRO DE NO CONFORMIDAD

Informe de No Conformidad		
Nº	Fecha	
No conformidad de tipo	Administrativo	Técnico

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RG-02/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Registro No conformidad	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Identificación de la no conformidad administrativa		
Identificación y estudio de la no conformidad técnica		
Método de ensayo		
Equipo		
Ensayo contratado		
Descripción		
Acción correctiva		
Aceptación del trabajo		
Acceptado	Modificado	Rechazado
Descripción del grado de aceptación		
Plazo de acción correctiva		
Cumplimiento de acción correctiva		
Director de control de calidad	Firma	Fecha
Analista fisicoquímico	Firma	Fecha

9 Acciones correctivas

En esta sección se establece los procedimientos para llevar a cabo las acciones correctivas necesarias para el buen funcionamiento del LCCAPE en cumplimiento de la sección 4.11 de la norma 17025.

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-09/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Acciones correctivas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Se establece un procedimiento para la realización de acciones correctivas para corregir cualquier afección a la condición de calidad que instaura el presente documento y lleva el LCCAPE. Estas acciones correctivas se realizan en base a quejas, no conformidades o incumplimiento de los requerimientos.

9.1 PROCEDIMIENTO DE GESTIÓN DE ACCIONES CORRECTIVAS

Este procedimiento establece el tratamiento de las acciones correctivas por parte del LCCAPE. Las acciones correctivas deben ser formuladas por la dirección de control de calidad y por el analista fisicoquímico.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-07/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de gestión de acciones correctivas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Registro de la no conformidad: se sigue el procedimiento PG-06/LCCAPE para la iniciación del procedimiento y el registro del mismo a través del registro de no conformidad RG-02/LCCAPE.

Comprobación de la no conformidad: La dirección de control de calidad y el analista fisicoquímico establecen en conjunto la naturaleza de la no conformidad.

Identificación de causa: Se determinan las causas del incumplimiento.

Acción correctiva: Se establece la acción correctiva y se determina si la aplicación de dicha acción conlleva a el cambio de algún procedimiento del sistema de gestión de calidad

Supervisión: El director de control de calidad debe supervisar, verificar y seguir el cumplimiento de las acciones correctivas a través de una auditoría en seguimiento del procedimiento 3.2.3 de PG-01/LCCAPE.

9.2 REGISTRO DE ACCIONES CORRECTIVAS

Formato de acción correctiva	
Nº	Fecha
Numero de no conformidad origen	
Acción correctiva	

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RG-03/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Registro de Acciones correctivas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Plazo de implantación		
Responsable		
Seguimiento		
Modificación resultante al SG		
Director de control de calidad	Firma	Fecha
Analista fisicoquímico	Firma	Fecha

10 Acciones preventivas

En la presente sección se establece el procedimiento para la realización de acciones preventivas en cumplimiento de la sección 4.12 de la norma 17025.

En los informes de no conformidad se establece si una conformidad conlleva a la aceptación, modificación o invalidación de un trabajo. Las acciones preventivas se manejan cuando se acepta o modifica un ensayo después de una no conformidad

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-10/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Acciones preventivas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Las acciones preventivas son medidas necesarias para reducir la probabilidad de repetición de una no conformidad que ha causado la modificación de un ensayo.

10.1 PROCEDIMIENTO DE LAS ACCIONES PREVENTIVAS

Registro de la no conformidad: se sigue el procedimiento PG-06/LCCAPE para la iniciación del procedimiento y el registro del mismo a través del registro de no conformidad RG-02/LCCAPE.

Comprobación de la no conformidad: Se debe comprobar y revisar el cumplimiento de los procedimientos operativos, el análisis de los datos obtenidos, los análisis de control de calidad de los ensayos.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-08/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de las Acciones preventivas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Comprobación de la no conformidad: La dirección de control de calidad y el analista fisicoquímico establecen en conjunto la naturaleza de la no conformidad.

Identificación de causa: Se determinan las causas del incumplimiento. Se Identifica opciones de mejora técnicas o relativas al SGC

Acción correctiva: Se establece la acción de prevención y se determina si la aplicación de dicha acción conlleva al cambio de algún procedimiento del sistema de gestión de calidad

Supervisión: El director de control de calidad debe supervisar, verificar y seguir el cumplimiento de las acciones preventivas a través de una auditoría en seguimiento del procedimiento 3.2.3 de PG-01/LCCAPE.

10.2 REGISTRO DE ACCIÓN PREVENTIVA

Acción preventiva	
Nº	Fecha
Numero de no conformidad origen	
Acción preventiva	

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RG-04/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Registro de las Acciones preventivas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Plazo de implantación
Responsable
Seguimiento
Modificación resultante al SG

11 Control de los registros

En esta sección se establece como de debe gestionar y controlar los registros asociados al funcionamiento del SGC 17025 del LCCAPE en cumplimiento de lo requerido en el numeral 4.13 de la norma 17025.

El control de los registros del LCCAPE comprende: La identificación, archivo, almacenamiento, mantenimiento y destrucción de todos los registros del LCCAPE, tanto técnicos como de gestión.

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-11/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Control de los registros	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

12 Auditorías Internas

En la presente sección se establecen las etapas, procesos y procedimientos para la realización de las auditorías internas en el LCCAPE en cumplimiento del numeral 4.14 de la norma 17025.

Las auditorías internas comprenden la evaluación de todos los elementos del SG17025 de LCCAPE a nivel de gestión y técnico. Se clasifican en tres tipos: las revisiones trimestrales, las auditorías semestrales y las auditorías de seguimiento. Todas se ejecutan de la misma manera pero sus alcances son diferentes.

Las revisiones trimestrales tienen como objetivo simplemente recoger la información necesaria para evidenciar el funcionamiento del SG del LCCAPE, dicha información se discute en una

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-12/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Auditorías Internas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

auditoría semestral. Las auditorías semestrales son evaluaciones minuciosas del cumplimiento de cada uno de los requerimientos de la norma 17025 por parte del LCCAPE. Las auditorías de seguimiento se utilizan para evaluar un procedimiento o cumplimiento de un ítem específico de acciones correctivas o de prevención aplicadas.

12.1 : PROCEDIMIENTO DE GESTIÓN DE AUDITORÍAS INTERNAS

Las auditorías consisten en tres etapas: Diagnóstico, Planeación e implementación.

12.1.1 Diagnóstico del SGC de LCCAPE

En esta fase se tiene en cuenta los siguientes pasos

- Estudiar la norma 17025:2005, para un previo conocimiento de los requisitos que exige esta norma.
- Diseñar y aplicar la lista de chequeo
- Analizar e interpretar los resultados de la lista de chequeo, a fin de establecer un plan de acción para las no conformidades y oportunidades de mejora detectadas.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-10/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de gestión de Auditorías Internas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Lo cual se lleva a cabo de la siguiente manera:

Investigación y diagnóstico: En esta etapa se realiza una evaluación y revisión de la documentación del Laboratorio, con el propósito de recopilar información necesaria para determinar el estado real del laboratorio con respecto a los requisitos de la NTC-ISO/IEC 17025:2005.

Elaboración lista de chequeo: Como primer paso para la realización del diagnóstico se realiza un estudio comparativo de la norma con el fin de tener un previo conocimiento e interpretación de los requisitos; luego se diseña y se aplica la lista de chequeo basada en los requerimientos de la norma NTCISO/ IEC 17025:2005“Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayos y/o Calibración”

12.1.2 Planeación de un Sistema de Gestión de Calidad NTC ISO/IEC- 10725

Se estructurará el plan de acción a fin de desarrollar de una manera secuencial y ordenada las actividades para dar cumplimiento a los objetivos enmarcados en el presente proyecto, para lo cual se debe:

- Realizar las mejoras en orden a los requisitos de la norma 17025.
- Determinar la fuente del requisito
- Definir las actividades a desarrollar para cumplir el requisito.
- Asignar los responsables y la fecha para su cumplimiento.
- Socializar con todo el personal del Laboratorio.

12.1.3 Implementación del plan de acción de NTC ISO/IEC - 10725

Con base en el plan de acción se da paso a la las acciones correctivas y de prevención del Sistema de Gestión de Calidad del Laboratorio y se hace los respectivos seguimientos consignados en los procedimientos PG7 y PG8 del presente manual de gestión.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PG-10/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Procedimiento de gestión de Auditorías Internas	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

13 Revisiones por la dirección

En la presente sección se establece la gestión de las revisiones por la dirección que evalúa el SGC del LCCAPE en cumplimiento de la sección 4.15 de la norma 17025.

La dirección de control de calidad debe revisar periódicamente el sistema de gestión de calidad y todas las acciones desarrolladas por el LCCAPE, comprobar que todos los procedimientos son eficaces y pertinentes, e introducir mejoras en los mismos. El procedimiento para lograr estas revisiones se sigue como el PG-10/LCCAPE.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MG-13/LCCAPE
	MANUAL DE GESTIÓN: Revisiones por la dirección	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-00/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

MANUAL TÉCNICO

1 Generalidades del Manual Técnico

El presente Manual Técnico incluye la gestión de la calidad referente a personal, instalaciones y condiciones ambientales, métodos de ensayo y de calibración, validación de los métodos, equipos, trazabilidad de las mediciones, muestreo y de la manipulación de los ítems de ensayo y de calibración dentro y solo dentro del LCCAPE.

En este manual se desarrolla la forma de realizar el control de los factores que influyen en la calidad de los resultados a nivel técnico.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-01/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Generalidades	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

2 Personal

Se establece los procedimientos para gestionar el personal del LCCAPE en cumplimiento de la sección 5.2 de la norma 17025. En el numeral 5 del documento MG-01/LCCAPE se expone la organización del LCCAPE. En esta sección se hace alusión a los numerales de la sección 5.2 de la norma.

Aseguramiento de la competencia del personal

La competencia del personal se asegura por medio de la verificación de la formación del personal según lo establecido en el MG-01/LCCAPE. La dirección de control de calidad debe asegurar que el analista fisicoquímico tenga una formación competente para la recepción de muestras, la realización de las pruebas, el análisis y reporte de resultados y la entrega de resultados, evaluar, supervisar y validar los ítems de ensayo dentro del laboratorio, ejercer el control de la calidad de los ensayos y acciones dentro del laboratorio.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-02/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Personal	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Formación de personal

La dirección de control de calidad debe identificar las necesidades de formación del todo el personal y proporcionar un procedimiento para suplir dicha necesidad. Para ello se registra el personal y se identifica su potencial capacitación bajo el RT-01/LCCAPE.

2.1 REGISTRO DE FORMACIÓN DE PERSONAL

Ficha de Formación Personal	
Cargo	
Nombre	
Formación	
Grado de capacitación	
Curso	Fecha
Necesidad de capacitación	
Curso Objetivo	Fecha plazo

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RT-01/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Registro de formación de personal	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Fecha de última actualización	
Observación adicional	

3 Instalaciones y condiciones ambientales

Esta sección establece las pautas necesarias para el cumplimiento de la sección 5.3. de la norma 17025.

El LCCAPE se encuentra en EMPOOBANDO E.S.P. Sus instalaciones comprenden una oficina administrativa, una sección de recepción de muestras, una sección de análisis fisicoquímicos, una sección de análisis microbiológico y una sección de almacenamiento de reactivos y material de vidriería.

CONDICIONES AMBIENTALES: Las condiciones ambientales se verifican en el momento de realización de los ensayos fisicoquímicos.

Temperatura: la temperatura ambiente ideal del LCCAPE debe ser 20°C para la realización de los ensayos fisicoquímicos. Debe verificarse en el momento de realización del ensayo.

Humedad: se debe verificar que la humedad del laboratorio no debe sobrepasar el 60% de humedad, para que los equipos fotométricos y los reactivos.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-03/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Instalaciones y condiciones ambientales	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Presión atmosférica: en LCCAPE se debe mantener una ligera sobrepresión estática hacia el exterior, para que en los momentos de apertura de Puertas, las partículas de polvo tiendan siempre a salir hacia fuera.

Polvo: LCCAPE debe manejar una limpieza óptima y mantener las instalaciones libres de polvo o de almacenamiento de residuos.

Sistema de acondicionamiento: para lograr la temperatura, humedad, sobrepresión y limpieza adecuadas se sugiere la instalación de un sistema de acondicionamiento del aire.

MANTENIMIENTO y ASEO DEL LABORATORIO: El personal del laboratorio mantiene el LCCAPE en buenas condiciones para la realización de los diferentes ensayos fisicoquímicos. Se mantiene un orden de trabajo en la respectiva sección del LCCAPE. A Diario, el analista fisicoquímico debe controlar y vigilar el buen funcionamiento de los equipos, reactivos y materiales de ensayo. Cada semana se realizan operaciones de mantenimiento general de LCCAPE, para ello se debe limpiar y ordenar las instalaciones.

4 Métodos de ensayo. Validación de los métodos

En esta sección se establecen los procedimientos para la realización de los ensayos fisicoquímicos para la determinación de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza en cumplimiento de lo estipulado en el numeral 5.4 de la norma 17025.

El LCCAPE aplica métodos y procedimientos del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater de la APHA. El muestreo se realiza en consonancia de lo sugerido por la resolución 2115 del 2007.

La manipulación de los ensayos fisicoquímicos se realiza en función de los resultados de validación. La incertidumbre se establece a partir de la información obtenida en la validación y los resultados obtenidos experimentalmente. Se establecen procedimientos de operación estándar.

4.1 MÉTODOS DE ENSAYO FISICOQUÍMICOS DE LCCAPE

Según la norma internacional ISO/ IEC 17025, un laboratorio de ensayo debe utilizar los métodos analíticos que sean apropiados para los ensayos que realiza. Se deben utilizar preferentemente los métodos publicados como normas internacionales, regionales o nacionales.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-04/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Métodos de ensayo. Validación de los métodos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Estos métodos se denominan como métodos normalizados. En este caso, los métodos normalizados son aquellos publicados en una norma técnica colombiana. Para la evaluación de calidad de agua potable, estas normas son derivadas del Manual de métodos normalizados para el análisis de agua potable y residual publicado por la APHA, AWWA y WEF.

4.1.1 Método nefelométrico para determinación de Turbidez (S. M. - 2130B)

En este trabajo, el método seleccionado por LCCAPE para la determinación de turbidez es el método nefelométrico (S.M.- 2130B), debido a su precisión, sensibilidad, y aplicabilidad. La turbidez se reporta como unidades nefelométricas de turbidez (UNT). Este método se basa en una comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra en condiciones definidas con la intensidad de la luz dispersada por una suspensión estándar de referencia en las mismas condiciones.

Las lecturas son realizadas empleando un turbidímetro calibrado con una suspensión de referencia de formacina. El polímero de formacina ha sido elegido como referencia debido a que es fácil de preparar y en cuanto a sus propiedades de dispersión de luz es más reproducible que otros como arcilla o agua turbia natural. Se usa una suspensión estándar de turbidez que corresponde a 4000 UNT.

4.1.2 Método fotométrico DFD para determinación de Cloro residual (S. M. - 4500-CI G)

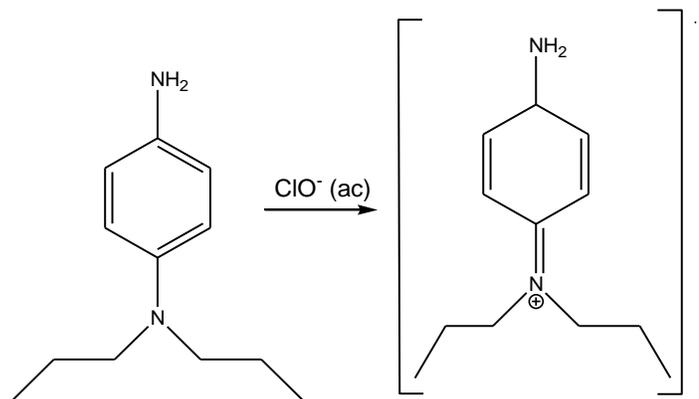
El método seleccionado por LCCAPE para la determinación de cloro residual es el método fotométrico con N'N'-dipropil-p-fenilendiamina (DFD) (S.M.-4500-CI G), ya que se puede valorar exactamente el contenido en cloro residual libre del agua con una pequeña cantidad de muestra (10 mL). Además, el intervalo de trabajo que ofrece este método es el más adecuado para el control de calidad sugerido por la resolución 2115 del 2007, según la cual, se debe controlar los niveles de cloro residual en intervalos de (0,3 – 2 mg/L).

En ausencia de iones yoduro, la DFD es oxidada por cloro, ácido hipocloroso e iones hipoclorito, para dar un producto de reacción violeta rojizo con estructura semiquinoides:

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-04/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Métodos de ensayo. Validación de los métodos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10



Este producto es una especie cromófora de la región visible del espectro electromagnético a 550nm. La intensidad de la coloración es directamente proporcional a la cantidad de cloro residual existente en la muestra. De esta manera se puede determinar el cloro residual libre del agua analizada por fotometría visible.

Fotometría Visible: La fotometría visible se basa en la medida de la transmitancia T o de la absorbancia A de disoluciones que se encuentran en cubetas transparentes que tienen un camino óptico de b cm. Normalmente la concentración C de un analito absorbente, está relacionada linealmente con la absorbancia como respuesta a la ecuación:

$$A = -\log(T) = -\log\left(\frac{P_0}{P}\right) = \xi \cdot b \cdot C \quad \text{Ec. 42}$$

4.1.3 Método Volumétrico o de Titulación para determinación de alcalinidad (S.M. - 2320 B).

El método seleccionado por LCCAPE para la determinación de alcalinidad es el Método Volumétrico (S.M.- 2320 B). Los iones hidroxilo presentes en una muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de solutos reaccionan con adiciones de ácido estandarizado. La alcalinidad, por tanto, depende del punto final de pH utilizado para su determinación. Un indicador de verde de bromocresol o una mezcla de verde de bromocresol con rojo de metilo puede ser usado para pH 4,5. En este trabajo se utilizó dicho indicador porque según la resolución 2115, este parámetro se debe controlar como alcalinidad total.

4.1.4 Método de Titulación con EDTA para determinación de Dureza (S.M. - 2340 C.)

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-04/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Métodos de ensayo. Validación de los métodos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

El método seleccionado por el LCCAPE para la determinación de dureza es el Método Volumétrico de Valoración con EDTA (S. M.- 2340 C). El ácido etilendiaminotetraacético (abreviado EDTA) y sus sales de sodio forman complejos solubles quelatados cuando se añaden a una solución de ciertos cationes metálicos en proporción de equivalentes 1:1. Al agregar una pequeña cantidad de un colorante tal como Eriocromo Negro T a una solución de $\text{pH} = 10,0 \pm 0,1$ que contenga iones de calcio y de magnesio, la solución cambia de color a vino tinto; Si se añade EDTA como un reactivo de valoración, se pueden acomplejar el calcio y el magnesio. Cuando todo el magnesio y el calcio se ha acomplejado la solución cambia del color vino tinto a azul, que marca el punto final de la valoración.

4.2 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS EN LCCAPE

La validación de los métodos está documentada y soportada en el trabajo de grado denominado: DIAGNÓSTICO, PLANEACIÓN Y DISEÑO DE UN SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD BAJO LA NTC-ISO/IEC 17025 PARA LOS PARÁMETROS FÍSICOQUÍMICOS DE TURBIDEZ, CLORO RESIDUAL, DUREZA Y ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DEL AGUA POTABLE DE EMPOOBANDO E.S.P. Dicho trabajo fue realizado bajo convenio interinstitucional con la Universidad de Nariño.

4.3 CONTROL DE DATOS

Los resultados experimentales obtenidos a partir de la aplicación de los ensayos fisicoquímicos son recogidos en hojas de cálculo. Dichas hojas se crean y desarrollan en un ordenador y se almacenan en carpetas denominadas Resultados de Ensayos Fisicoquímicos de LCCAPE. Se mantiene un registro impreso de dichos resultados en el archivo del LCCAPE. La dirección de control de calidad debe asegurar que procedimientos de protección de datos y mantenimiento de los ordenadores.

4.4 MÉTODO NEFELOMÉTRICO (STANDARD METHODS - 2130B)

Procedimiento de medición

Se agita suavemente la muestra antes de la examinación para asegurar una medición representativa.

- Se miden 15 mL de muestra de agua potable
- Se disponen en una cubeta de muestra hasta la línea y se tapa la cubeta.
- La cubeta se coloca en el turbidímetro HACH 2100q

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación IT-01/LCCAPE
		Revisión: 0
	MANUAL TÉCNICO: Instructivos de operación estándar	Inicio de vigencia: 2015-01-10

- Se pulsa el botón ENCENDIDO para encender el medidor. Se introduce la cubeta suavemente y se coloca la tapa.
- Se pulsa Medición. La pantalla muestra “Estabilizando” y luego la turbidez en NTU.
- Se registra el valor en UNT
- Se desecha la cantidad de muestra utilizada.

El anterior procedimiento debe realizarse cinco veces y por cada alícuota deben obtenerse 3 lecturas nefelométricas.

4.5 MÉTODO FOTOMÉTRICO DFD (S.M. - 4500-CL G)

Procedimiento de medición

- Se miden 10 mL de muestra y se disponen en un tubo de ensayo.
- Se añaden 85 mg de sulfato de N,N -dipropil-p-fenilendiamina
- Se agita durante un minuto.
- Se trasvasa a una celda de 1 cm del fotómetro Spectroquant NOVA 60. Se mide la absorbancia de la solución a 550 nm.

El anterior procedimiento se debe realizar con dos alícuotas y por cada alícuota obtener tres lecturas.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación IT-02/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Instructivos de operación estándar	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

4.6 MÉTODO VOLUMÉTRICO O DE TITULACIÓN (S. M. - 2320 B)

Procedimiento de medición

Para este procedimiento, las muestras se llevaron a 25° C. Se agregó una gota de tiosulfato de sodio (0,1M) a las muestras que contenían cloro residual.

- Se miden 15 mL de muestra dentro de un erlenmeyer de 125 mL.
- Se añade 5 gotas (0,2 mL) de solución de verde de bromocresol-rojo de metilo
- Se titula con ácido clorhídrico estándar (0,02N) hasta que existan las características de haber llegado al punto final.

El anterior procedimiento debe realizarse cinco veces.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación IT-03/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Instructivos de operación estándar	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

4.7 MÉTODO DE TITULACIÓN CON EDTA (S. M. - 2340 C)

Procedimiento de titulación

- Se selecciona 10 mL de muestra o patrón.
- Se agrega 1 o 2 mL de solución buffer pH =10.
- Se agrega dos gotas de indicador negro de Eriocromo.
- Se agita hasta lograr la homogeneidad del color en la solución.
- Se titula lentamente con solución de EDTA (0,01M) bajo agitación continua hasta viraje del color de la solución de rosado a azul.

El anterior procedimiento debe realizarse cinco veces.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación IT-04/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Instructivos de operación estándar	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

5 Equipos

Esta sección establece la gestión de equipos del LCCAPE en cumplimiento del numeral 5.5 de la norma 17025.

El laboratorio está provisto de los equipos y material de vidriería para el desarrollo de los ensayos fisicoquímicos correspondientes a la determinación de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza. Los equipos del laboratorio son manejados por el analista fisicoquímico competente.

Identificación de Equipos:

La identificación de equipos se realiza a partir del documento RT - 02/LCCAPE. Los equipos del LCCAPE deben cumplir con los siguientes requisitos para su uso continuo:

- Los equipos deben estar calibrados. Antes de su utilización se debe realizar la verificación para asegurar la calibración.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-05/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Equipos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

- Tener patrones actualizados con el correspondiente certificado de calibración para su respectiva calibración interna.

- Los factores de corrección estudiados en la calibración deben registrarse y deben tenerse en cuenta en el cálculo de los resultados finales.

Transporte y manipulación de equipos

Cuando los equipos deban ser enviados a calibración, mantenimiento o reparación, se deben empacar en la caja o estuche en que se recibió el equipo del fabricante. Debe disponerse el equipo en material de plástico con burbujas de aire y debe sellarse con cinta adhesiva. Dicho equipo empacado será embalado y enviado a su respectivo lugar objetivo.

Equipos defectuosos

Se debe identificar si los equipos presentan una condición de defecto. Esto es que presenten inconsistencias en los datos que proporciona debido a una sobrecarga, golpe o caída. Dichos equipos deben ponerse fuera de disposición de trabajo. Se los debe rotular como equipos defectuosos y disponer en la sección de equipos defectuosos de la sección e almacenamiento. Se debe verificar su estado defectuoso y se debe llevar a cabo acciones para el mantenimiento, reparación y calibración del equipo en la medida de lo posible. Si dicho equipo ha cumplido su periodo de vida se debe dar de baja.

Calibración

Se debe manejar un programa de calibración. Todos los equipos de LCCAPE deben estar calibrados. Se establece un registro de las calibraciones con las fechas de vencimiento de la calibración, RT - 03/LCCAPE. El director de control de calidad debe revisar dicho registro y realizar las acciones necesarias para la calibración del equipo.

Mantenimiento de equipos

Los equipos deben mantenerse en perfecto funcionamiento y para ello se elabora un plan de mantenimiento que registra las acciones sobre el equipo que evidencian su buen mantenimiento. El RT-04/LCCAPE registra la ejecución del plan de mantenimiento.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-05/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Equipos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

5.1 REGISTRO DE IDENTIFICACIÓN DE EQUIPO

Equipo	Fabricante	Modelo	Código Inventario
Fecha de inicio de servicio			
Instrucciones para la medición			
Instrucciones de Calibración interna			

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RT-02/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Registro de equipo	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Ensayo
Incertidumbre asociada al instrumento
Ultima calibración
Fecha de próxima calibración

5.2 PLAN DE CALIBRACIÓN

Plan y registro de calibración LCCAPE				
Equipo	Fabricante	Ensayo	Ultima calibración	Próxima Calibración

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RT-03/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Plan de Registro y Calibración	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

5.3 PLAN DE MANTENIMIENTO

Plan de Mantenimiento de equipos		
Equipo	Ensayo	Ultima calibración
Ultimo mantenimiento interno	Fecha próximo mantenimiento	
Descripción del mantenimiento		
Equipo	Ensayo	Ultima calibración
Ultimo mantenimiento interno	Fecha próximo mantenimiento	
Descripción del mantenimiento		

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RT-04/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Plan de mantenimiento	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Equipo	Ensayo	Ultima calibración
Ultimo mantenimiento interno		Fecha próximo mantenimiento
Descripción del mantenimiento		
Equipo	Ensayo	Ultima calibración
Ultimo mantenimiento interno		Fecha próximo mantenimiento
Descripción del mantenimiento		
Equipo	Ensayo	Ultima calibración
Ultimo mantenimiento interno		Fecha próximo mantenimiento
Descripción del mantenimiento		

6 Muestreo

Esta sección establece el muestreo realizado en el LCCAPE en cumplimiento de la sección 5.7 de la norma 17025.

Los muestreos para cada uno de los métodos analíticos se realizan bajo las indicaciones de la resolución 2115 del 2007 y de lo establecido por el Manual de métodos normalizados para el análisis de agua potable y residual publicado por la APHA, AWWA y WEF. El control de los análisis físicos y químicos del agua potable debe realizarse en la red de distribución por parte del LCCAPE.

Muestreo

Muestreo para análisis de turbidez, alcalinidad y dureza: La recolección de muestra se realiza en el punto de muestreo en la red de distribución. Se recolecta el agua potable en envases de plástico de 1L. La muestra se refrigera y mantiene a 4° C para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Rápidamente se traslada al LCCAPE para los análisis de validación.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-07/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Muestreo	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Muestreo para análisis de cloro residual: El cloro en solución acuosa no es estable y los contenidos de cloro en muestras o soluciones. Particularmente, en soluciones de baja concentración decrece rápido. La exposición a la luz solar u otro tipo de luz y la agitación pueden producir una disminución en el cloro residual. Por tanto, la recolección de muestra se realiza en el punto de muestreo dentro de la empresa. Se recolecta el agua potable en envases de plástico de 1L. El análisis de estas muestras se realiza inmediatamente después del muestreo.

7 Trazabilidad de las mediciones

Esta sección se establece con el fin de instaurar una forma de llevar a cabo los planes de calibración y verificación para asegurar la trazabilidad de las mediciones en cumplimiento de la sección 5.6 de la norma 17025.

El procedimiento de plan de calibración debe ser realizado por la dirección de control de calidad bajo el PT-01/LCCAPE.

El procedimiento de verificación de ensayos fisicoquímicos obedece a la verificación de la calidad de los métodos analíticos. Esta verificación se logra por medio del ensayo de control de calidad del método.

Patrones y materiales de referencia: Los materiales de referencia son preparados en el LCCAPE con precursores de síntesis de alta calidad analítica. Se utilizan para llevar a cabo las verificaciones de los equipos y de los ensayos analíticos. El almacenamiento de los mismos se hace en base a las metodologías estándar de las fuentes bibliográficas de los métodos.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-06/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Trazabilidad de las mediciones	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

7.1 PROCEDIMIENTO DE PLAN DE CALIBRACIÓN

La dirección de control de calidad debe:

- Elaborar el plan de calibración siguiendo el RT-03/LCCAPE
- Cada mes debe verificar que todos los equipos se encuentran calibrado, además de verificar si algún equipo está a punto de necesitar una calibración.
- Establecer el equipo que necesita calibración
- Realizar el procedimiento correspondiente con el proveedor del equipo para la calibración adecuada.
- Enviar el equipo bajo las indicaciones de la manipulación de equipos de este manual.
- Recibir el equipo después de la calibración
- Verificar la calibración y las condiciones de la misma

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PT-01/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Procedimiento de plan de calibración	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

- Disponer el equipo para uso de los ensayos correspondientes y registrar.

8 Manipulación de muestras

En esta sección se define a forma de manipular las muestras en LCCAPE en cumplimiento de la sección 5.8 de la norma 17025.

Se establece un procedimiento para la manipulación de las muestras de agua potable por parte del LCCAPE.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-08/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Manipulación de las muestras	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Transporte

El transporte de las muestras se realiza desde el punto de muestreo en la red de distribución hasta las instalaciones del LCCAPE a través de los vehículos de la empresa.

Recepción

La recepción de la muestra se realiza en la sección de recepción de muestras. Las muestras de agua potable deben estar en un recipiente de plástico cerrado, bajo refrigeración a 4° C en nevera de icopor.

Identificación

Las muestras de agua potable recibidas se identifican mediante etiqueta de RT- 05/LCCAPE que se mantiene durante el tiempo que la muestra se encuentra en el LCCAPE.

Almacenamiento

Los ensayos fisicoquímicos deben realizarse inmediatamente después de la recepción de muestras. El almacenamiento preventivo se realiza en la sección de recepción de muestras en recipiente de plástico cerrado, bajo refrigeración a 4° C en nevera de icopor.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PT-02/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Procedimiento de manipulación de las muestras	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

Manipulación

El analista fisicoquímico realiza los ensayos fisicoquímicos conforme a lo establecido en los procedimientos de operación estándar de cada método.

Disposición final

Las muestras de agua potable y los residuos de los análisis son eliminados conforme al programa de gestión de residuos del LCCAPE.

Muestra
Punto de muestreo
Hora de muestreo
Cloro residual

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación RT-05/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Procedimiento de manipulación de las muestras	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

9 Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de calibración

Se establecen los procedimientos de control de calidad de los métodos analíticos y por ende de los resultados de ensayo en cumplimiento de la sección 5.9 de la norma 17025.

Control de calidad

Es necesario comprobar si existen o no tendencias dependientes del tiempo en los resultados, asociadas a inevitables errores aleatorios para sustentar una consistencia elevada día a día. En este sistema de gestión se utilizan estándares internos de control de calidad que son introducidos al azar dentro de la secuencia de materiales analizados por el LCCAPE. La concentración conocida de estos estándares es el valor objetivo del análisis. El laboratorio necesita ser capaz de detener y examinar el método si parece que está dando resultados erróneos. Los diagramas de Shewhart para rangos evalúan dicha variabilidad del método. Para ello se utilizan las ecuaciones

$$\text{Limite de acción superior} = a_2 \bar{R}$$

$$\text{Limite de aviso superior} = w_2 \bar{R}$$

$$\text{Limite de aviso inferior} = w_1 \bar{R}$$

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-09/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de Calibración	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

$$\text{Limite de acción inferior} = a_1 \bar{R}$$

Donde R es la diferencia entre el valor máximo y el valor mínimo de señal para un estándar de control interno; a_2 , w_2 , w_1 , a_1 , son variables estadísticas reportadas un número n de señales analíticas. A partir de la determinación de señales analíticas para estándares de control interno evaluados durante el tiempo se obtiene estas cartas de control para las cuales se desarrolla un procedimiento de control de calidad que consiste en la evaluación de un control de calidad interno y la verificación de que su valor está dentro de los límites establecidos y por tanto del control de la calidad del método.

9.1 PROCEDIMIENTO DE CONTROL DE CALIDAD DE MÉTODOS ANALÍTICOS

9.1.1 Procedimiento experimental

Turbidez: Para evaluar la calidad del método analítico se prepara un patrón de Control de Calidad Interno de 2,00 UNT y se mide su turbidez con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realiza cada semana y debe introducirse al azar entre las muestras de ensayo que tenga LCCAPE.

Cloro residual: Para evaluar la calidad del método analítico se prepara un patrón llamado Control de Calidad Interno de 2,00 ppm de Cl_2 y se mide su concentración con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realiza cada semana y debe introducirse al azar entre las muestras de ensayo que tenga LCCAPE.

Alcalinidad: Para evaluar la calidad del método analítico se prepara un patrón llamado Control de Calidad Interno de 200 ppm de CaCO_3 y se mide su concentración con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. . El procedimiento se realiza cada semana y debe introducirse al azar entre las muestras de ensayo que tenga LCCAPE.

Dureza: Para evaluar la calidad del método analítico se prepara un patrón llamado Control de Calidad Interno de 300 ppm de CaCO_3 y se mide su concentración con las especificaciones

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando @ hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación PT-03/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Procedimiento de control de calidad de métodos analíticos	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realiza cada semana y debe introducirse al azar entre las muestras de ensayo que tenga LCCAPE.

9.1.2 Procedimiento para mantenimiento de cartas de control

Se obtiene el valor de las señales analíticas obtenidas sobre el patrón de control de calidad interno. Se gráfica los valores de señal frente al orden de medición. Se establecen los límites de control de aviso y acción para el número de muestras analizadas y la desviación estándar proporcionada por la precisión del método analítico.

10 Informe de resultados

Los resultados experimentales deben expresarse a través del registro RT - 05/LCCAPE en cumplimiento con el numeral 5.10 de la norma 17025. Dicho informes de resultado contiene toda la información solicitada por el cliente o por alguna dependencia de Empoobando E.S.P:

La presentación totalmente legible y de solo lectura de los mismos debe hacerse vía correo electrónico y en entrega personal de versión impresa. Se debe dejar una copia en los archivos del LCCAPE.

Las modificaciones que se necesiten deben hacerse creando un nuevo documento y señalando en la sección de observaciones las modificaciones del anterior documento realizadas.

Elaboró:	Proyectó:	Aprobó:
Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Gerente

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

	MANUAL DE CALIDAD LCCAPE Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P.	Identificación MT-10/LCCAPE
	MANUAL TÉCNICO: Informe de resultados	Revisión: 0 Inicio de vigencia: 2015-01-10

LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE AGUA POTABLE EMPOOBANDO E.S.P AUTORIZADO RES. 431 DE 2012 DEL MINISTERIO DE PROTECCIÓN SOCIAL			
INFORMACION DE LA MUESTRA			
MUESTRA N°:		FECHA DE MUESTREO	
MUNICIPIO:		HORA DE MUESTREO:	
SITIO TOMA DE MUESTRA:		TOMADA POR:	
SOLICITADA POR:		FECHA ENTREGA:	
TIPO DE AGUA:		HORA ENTREGA	
CAJILLA N°			
NOMBRE DE LA FUENTE.			
ANALISIS FISICO - QUIMICO Y ORGANOLEPTICO			
PARAMETRO	VALOR	REFERENCIA	UNIDAD
pH			UpH
Color			UPC
Olor y Sabor			A/NA
ANALISIS MICROBIOLOGICO			
PARAMETRO	VALOR	REF.	UNIDAD
Coliformes Totales	Presentes	0	P/A
Echerichia Coli	Ausentes	0	P/A

Elaboró: Eg. Química. Camilo Bonilla Practicante LCCAPE	Proyectó: Ing. Erick Sanchez Director LCCAPE	Aprobó: Gerente
--	---	-------------------------------

Carrera 7 Calle 30 Esquina - Planta de Tratamiento
 Tel.: 7733363 - 7732624 Fax: 7733390– [E-Mail: empoobando@hotmail.com](mailto:empoobando@hotmail.com).

Sustancias Flotantes			A/P	RESULTADO DEL ANALISIS
Turbiedad			NTU	
Cloruros			mg/L (Cl ⁻)	
Hierro Total			mg/L (Fe ⁺³)	
Dureza Total			mg/L (CaCO ₃)	
Cloro Residual Libre			mg/L (Cl ₂)	
Alcalinidad Total			mg/L (CaCO ₃)	
Fosfatos			mg/L (PO ₄)	
Aluminio			mg/L (AL ₃ ⁺)	
CUADRO DE REFERENCIA				
Clasificación IRCA		Nivel de Riesgo		
80.1-100		Inviabile Sanitariamente		
35.1-80		Alto		
14.1-35		Medio		
5.1-14		Bajo		
0-5		Sin Riesgo		
<LD: debajo del límite de detección P/A: Presencia / Ausencia ANALISIS FISICO - QUIMICO - MICROBIOLÓGICO:				I.Q. ERICK SANCHEZ Direccion LCCAPE

ANEXO D

1. Resultados experimentales de Validación interna de los métodos analíticos elegidos para la determinación de los parámetros de turbidez, cloro residual, alcalinidad y dureza en el LCCAPE.

1.2. Validación del método nefelométrico para el análisis de agua potable en LCCAPE

Calibración Turbidez													
Orden				T(UNT)									
%	Ni	SPx	N	n1	n2	n3	n4	n5	n6	n7	n8	n9	n10
25	1	0,5	1	0,47	0,45	0,47	0,51	0,51	0,52	0,50	0,50	0,48	0,49
			2	0,55	0,48	0,49	0,52	0,50	0,52	0,53	0,53	0,49	0,50
			3	0,47	0,48	0,48	0,46	0,47	0,48	0,50	0,49	0,57	0,48
			4	0,46	0,51	0,49	0,50	0,50	0,50	0,44	0,50	0,48	0,50
			5	0,50	0,55	0,55	0,52	0,54	0,54	0,50	0,52	0,55	0,54
50	2	1	6	1,08	1,08	1,01	1,03	1,01	1,07	1,08	1,05	1,01	1,07

			7	0,99	0,98	1,02	1,05	1,05	1,02	1,04	1,03	1,01	1,03
			8	1,03	1,01	1,06	1,13	1,08	1,00	1,04	1,04	1,11	1,06
			9	1,09	1,07	1,04	1,03	1,05	1,05	1,03	1,09	1,08	1,09
			10	1,01	0,99	1,00	1,07	1,09	1,09	1,07	1,08	1,04	1,05
75	3	1,5	11	1,51	1,54	1,50	1,50	1,48	1,55	1,49	1,51	1,46	1,57
			12	1,52	1,53	1,55	1,59	1,44	1,57	1,52	1,53	1,54	1,54
			13	1,51	1,53	1,49	1,53	1,55	1,60	1,53	1,47	1,50	1,50
			14	1,55	1,54	1,49	1,52	1,56	1,54	1,49	1,56	1,57	1,54
			15	1,55	1,53	1,57	1,58	1,61	1,58	1,52	1,51	1,55	1,52
100	4	2	16	2,02	1,97	1,98	1,97	1,97	2,01	2,06	1,93	1,97	1,98
			17	2,06	2,07	2,02	2,03	2,03	2,01	2,01	2,07	2,03	2,07
			18	2,02	1,94	1,94	2,00	2,02	2,00	1,99	1,99	1,97	1,97
			19	1,98	2,02	1,98	2,00	1,99	2,02	2,03	2,04	2,00	2,00
			20	1,95	1,99	2,03	2,02	2,01	2,01	1,96	1,97	2,00	1,99
125	5	2,5	21	2,51	2,49	2,56	2,51	2,55	2,54	2,56	2,56	2,55	2,54
			22	2,53	2,55	2,59	2,54	2,53	2,55	2,56	2,58	2,59	2,56
			23	2,51	2,49	2,56	2,47	2,57	2,55	2,50	2,45	2,53	2,52
			24	2,54	2,46	2,53	2,51	2,54	2,59	2,52	2,58	2,54	2,54
			25	2,50	2,55	2,62	2,57	2,59	2,58	2,56	2,49	2,57	2,57
150	6	3	26	3,03	3,03	3,02	3,05	2,98	2,98	3,03	3,03	3,01	3,01
			27	3,02	2,97	3,02	3,03	3,01	3,04	3,05	3,04	3,01	3,01
			28	3,06	3,06	3,04	3,05	3,09	3,07	3,04	3,03	3,08	3,02
			29	3,05	3,05	3,02	3,02	3,03	2,98	3,00	2,99	2,98	3,02
			30	3,06	3,06	3,03	3,01	3,02	3,04	3,03	3,00	3,05	3,03

Efecto general de la matriz

Matriz 1

			m1	m2	m3	m4	m5	m6	m7	m8	m9	m10
B	0,20	N1	0,21	0,19	0,18	0,17	0,19	0,21	0,22	0,18	0,23	0,2
		N2	0,2	0,21	0,19	0,22	0,2	0,21	0,18	0,19	0,19	0,22
		N3	0,21	0,2	0,19	0,22	0,2	0,2	0,23	0,26	0,16	0,25
		N4	0,2	0,21	0,16	0,17	0,18	0,21	0,24	0,18	0,23	0,2
		N5	0,21	0,2	0,15	0,17	0,14	0,19	0,24	0,19	0,22	0,2
M	1,21	N1	1,20	1,26	1,21	1,19	1,18	1,16	1,18	1,18	1,21	1,22
		N2	1,19	1,13	1,17	1,24	1,30	1,19	1,16	1,20	1,17	1,16
		N3	1,24	1,17	1,16	1,21	1,27	1,14	1,20	1,19	1,15	1,14
		N4	1,20	1,15	1,14	1,14	1,15	1,16	1,13	1,18	1,25	1,15
		N5	1,27	1,29	1,32	1,27	1,30	1,28	1,30	1,27	1,32	1,41
P	10,05	N6	10,10	10,00	10,10	10,30	10,70	10,70	10,20	10,10	9,97	10,10

		N7	10,10	9,91	9,86	10,10	9,97	9,91	10,00	10,00	10,10	10,10
		N8	9,98	10,20	10,20	10,70	9,88	9,89	9,90	9,89	9,81	9,90
		N9	9,81	10,00	9,77	9,71	9,60	10,00	9,97	9,94	9,94	9,97
		N10	10,20	10,10	9,95	10,20	10,10	10,40	10,30	10,00	10,10	10,00
	0,5	N1	0,60	0,61	0,61	0,60	0,52	0,56	0,56	0,57	0,55	0,58
		N2	0,51	0,56	0,53	0,53	0,52	0,53	0,42	0,45	0,46	0,44
		N3	0,56	0,52	0,57	0,56	0,53	0,55	0,58	0,52	0,53	0,58
		N4	0,59	0,54	0,49	0,54	0,60	0,55	0,59	0,54	0,56	0,54
		N5	0,63	0,53	0,60	0,56	0,57	0,58	0,58	0,60	0,61	0,57
	1	N1	1,07	1,04	0,99	1,01	1,03	0,96	0,93	0,93	0,95	0,96
		N2	1,02	1,03	1,03	1,03	1,03	1,04	1,00	1,04	1,03	1,03
		N3	1,06	1,05	1,03	1,03	1,04	1,00	1,01	1,01	1,03	1,04
		N4	1,06	0,97	1,05	1,04	1,10	1,06	1,11	1,08	1,09	1,01
		N5	1,04	1,01	1,00	1,03	1,03	1,02	1,03	1,05	1,07	1,09
	1,5	N1	1,44	1,45	1,45	1,45	1,46	1,47	1,50	1,55	1,53	1,52
		N2	1,47	1,43	1,47	1,46	1,46	1,43	1,45	1,45	1,45	1,46
		N3	1,44	1,45	1,45	1,45	1,44	1,40	1,40	1,43	1,44	1,44
		N4	1,49	1,50	1,50	1,50	1,51	1,45	1,46	1,46	1,47	1,45
		N5	1,53	1,42	1,47	1,47	1,49	1,43	1,40	1,41	1,41	1,41
	2	N1	2,00	2,10	1,97	2,03	2,05	1,97	2,06	1,99	2,01	1,97
		N2	1,96	2,01	2,00	1,95	1,93	2,05	1,99	1,93	1,98	1,98
		N3	1,97	1,98	1,98	1,96	1,98	2,07	2,03	2,10	2,09	2,07
		N4	2,05	2,05	2,06	2,10	2,04	2,02	2,01	2,01	2,01	2,02
		N5	1,96	1,97	1,97	1,99	2,00	2,08	2,08	2,09	2,09	2,08
	2,5	N1	2,53	2,53	2,53	2,54	2,55	2,49	2,49	2,49	2,50	2,51
		N2	2,50	2,55	2,48	2,50	2,53	2,53	2,58	2,56	2,55	2,56
		N3	2,57	2,53	2,59	2,66	2,62	2,49	2,56	2,54	2,50	2,53
		N4	2,58	2,58	2,59	2,49	2,57	2,56	2,55	2,53	2,50	2,53
		N5	2,44	2,48	2,54	2,55	2,51	2,59	2,55	2,60	2,59	2,56
	3	N1	2,99	3,08	2,98	3,03	3,00	2,95	2,95	2,99	2,98	2,97
		N2	3,06	3,06	3,06	3,07	3,08	2,95	2,97	2,98	2,94	2,96
		N3	3,05	2,97	3,01	3,00	3,00	2,94	2,95	2,95	2,97	2,98
		N4	2,93	2,97	3,03	3,04	3,00	3,03	2,99	3,04	3,03	3,00
		N5	2,99	2,99	2,98	2,97	2,97	2,98	2,98	2,99	2,99	2,99
Matriz 2												
			m1	m2	m3	m4	m5	m6	m7	m8	m9	m10
B	0,20	N1	0,21	0,19	0,18	0,17	0,19	0,21	0,22	0,18	0,23	0,2
		N2	0,2	0,21	0,19	0,22	0,2	0,21	0,18	0,19	0,19	0,22
		N3	0,21	0,2	0,19	0,22	0,2	0,2	0,23	0,26	0,16	0,25
		N4	0,2	0,21	0,16	0,17	0,18	0,21	0,24	0,18	0,23	0,2

		N5	0,21	0,2	0,15	0,17	0,14	0,19	0,24	0,19	0,22	0,2
M	2,37	N1	2,29	2,38	2,29	2,30	2,35	2,31	2,26	2,23	2,18	2,17
		N2	2,45	2,29	2,31	2,36	2,23	2,25	2,31	2,49	2,44	2,32
		N3	2,35	2,84	2,41	2,39	2,40	2,48	2,33	2,39	2,34	2,33
		N4	2,15	2,24	2,23	2,31	2,33	2,33	2,30	2,32	2,31	2,32
		N5	2,42	2,59	2,57	2,58	2,65	2,62	2,56	2,50	2,46	2,47
P	10,05	N6	10,10	10,00	10,10	10,30	10,70	10,70	10,20	10,10	9,97	10,10
		N7	10,10	9,91	9,86	10,10	9,97	9,91	10,00	10,00	10,10	10,10
		N8	9,98	10,20	10,20	10,70	9,88	9,89	9,90	9,89	9,81	9,90
		N9	9,81	10,00	9,77	9,71	9,60	10,00	9,97	9,94	9,94	9,97
		N10	10,20	10,10	9,95	10,20	10,10	10,40	10,30	10,00	10,10	10,00
0,5		N1	0,55	0,60	0,57	0,58	0,51	0,50	0,50	0,50	0,51	0,46
		N2	0,49	0,50	0,52	0,54	0,56	0,47	0,51	0,57	0,58	0,54
		N3	0,51	0,47	0,53	0,60	0,56	0,52	0,59	0,58	0,56	0,56
		N4	0,53	0,62	0,52	0,57	0,54	0,51	0,57	0,56	0,54	0,51
		N5	0,58	0,58	0,59	0,63	0,57	0,57	0,57	0,59	0,60	0,56
1		N1	0,95	1,04	0,97	0,99	0,95	0,98	1,03	1,01	1,00	1,01
		N2	1,02	1,02	1,03	1,03	1,01	1,07	0,97	0,97	1,00	1,01
		N3	0,97	1,02	1,01	0,96	0,94	0,98	0,94	0,99	0,92	0,94
		N4	1,02	1,03	1,03	1,04	1,02	1,03	0,99	1,04	1,03	1,00
		N5	0,97	0,98	0,98	0,98	0,99	0,94	0,94	0,95	0,95	0,95
1,5		N1	1,52	1,53	1,53	1,52	1,44	1,51	1,51	1,51	1,52	1,52
		N2	1,51	1,52	1,47	1,49	1,46	1,53	1,42	1,47	1,47	1,49
		N3	1,44	1,44	1,44	1,45	1,46	1,47	1,48	1,48	1,48	1,48
		N4	1,48	1,48	1,48	1,49	1,49	1,45	1,52	1,50	1,46	1,49
		N5	1,49	1,45	1,50	1,49	1,46	1,39	1,40	1,40	1,42	1,43
2		N1	2,05	2,02	1,97	1,99	2,01	1,97	2,00	2,01	1,99	2,01
		N2	2,08	2,08	2,08	2,09	2,10	1,99	1,99	1,99	2,00	2,00
		N3	2,00	2,01	2,01	2,01	2,02	2,00	2,00	2,00	2,00	1,99
		N4	2,06	2,02	2,07	2,00	2,02	2,01	2,02	2,02	2,02	2,02
		N5	1,96	1,97	1,97	1,98	1,96	2,02	2,03	2,03	2,04	2,04
2,5		N1	2,59	2,48	2,53	2,53	2,55	2,54	2,50	2,54	2,53	2,53
		N2	2,58	2,63	2,60	2,61	2,53	2,53	2,50	2,56	2,59	2,57
		N3	2,53	2,63	2,50	2,56	2,58	2,59	2,59	2,60	2,60	2,53
		N4	2,54	2,55	2,55	2,55	2,55	2,51	2,53	2,53	2,53	2,54
		N5	2,49	2,50	2,50	2,52	2,53	2,63	2,53	2,53	2,54	2,54
3		N1	2,95	2,97	2,93	2,97	2,97	2,96	2,93	2,94	2,94	2,97
		N2	2,98	2,87	2,90	2,91	2,89	2,97	3,04	3,02	2,98	3,04
		N3	2,98	2,99	2,99	2,99	2,98	3,00	3,00	3,01	2,91	3,02
		N4	3,00	3,00	3,01	3,01	3,00	3,02	3,02	2,99	2,99	3,01

	N5	2,96	2,97	2,97	2,98	2,96	3,03	3,02	3,00	3,00	3,04	
Matriz 3												
			m1	m2	m3	m4	m5	m6	m7	m8	m9	m10
B	0,20	N1	0,21	0,19	0,18	0,17	0,19	0,21	0,22	0,18	0,23	0,20
		N2	0,20	0,21	0,19	0,22	0,20	0,21	0,18	0,19	0,19	0,22
		N3	0,21	0,20	0,19	0,22	0,20	0,20	0,23	0,26	0,16	0,25
		N4	0,20	0,21	0,16	0,17	0,18	0,21	0,24	0,18	0,23	0,20
		N5	0,21	0,20	0,15	0,17	0,14	0,19	0,24	0,19	0,22	0,20
M	4,20	N1	4,19	4,19	4,19	4,22	4,22	4,24	4,20	4,23	4,24	4,17
		N2	4,18	4,20	4,21	4,17	4,21	4,18	4,20	4,19	4,19	4,14
		N3	4,20	4,20	4,16	4,18	4,17	4,23	4,21	4,20	4,20	4,18
		N4	4,21	4,21	4,18	4,26	4,20	4,21	4,23	4,21	4,20	4,16
		N5	4,22	4,19	4,25	4,19	4,21	4,20	4,15	4,22	4,19	4,22
0,5	N1	0,49	0,58	0,51	0,53	0,49	0,53	0,51	0,53	0,55	0,58	
	N2	0,60	0,55	0,50	0,53	0,51	0,57	0,58	0,53	0,55	0,52	
	N3	0,57	0,56	0,55	0,53	0,56	0,52	0,54	0,51	0,51	0,53	
	N4	0,58	0,47	0,52	0,52	0,54	0,51	0,53	0,49	0,53	0,53	
	N5	0,50	0,50	0,54	0,53	0,52	0,50	0,57	0,55	0,51	0,54	
1	N1	1,02	1,07	1,04	1,05	0,98	0,98	1,05	1,01	1,02	0,97	
	N2	1,03	1,06	1,00	1,01	1,06	1,02	1,09	0,99	1,06	1,02	
	N3	0,99	1,05	1,06	1,01	0,97	1,04	0,99	1,06	1,05	1,03	
	N4	0,99	0,99	0,96	1,02	1,05	1,03	1,00	1,02	1,03	0,99	
	N5	1,06	1,01	0,96	1,01	1,07	1,03	0,99	1,04	1,02	1,01	
1,5	N1	1,52	1,49	1,44	1,46	1,48	1,50	1,41	1,45	1,51	1,52	
	N2	1,43	1,44	1,46	1,48	1,50	1,53	1,53	1,48	1,49	1,39	
	N3	1,52	1,46	1,40	1,45	1,45	1,42	1,45	1,50	1,47	1,47	
	N4	1,47	1,56	1,46	1,51	1,48	1,47	1,50	1,50	1,48	1,48	
	N5	1,49	1,49	1,48	1,47	1,47	1,48	1,44	1,49	1,42	1,44	
2	N1	2,03	1,99	2,04	2,03	2,00	2,00	2,03	2,07	2,02	2,04	
	N2	1,98	1,94	2,00	2,07	2,03	1,98	2,04	2,03	2,01	1,98	
	N3	1,99	2,04	2,03	1,98	1,96	2,04	2,07	1,99	2,03	2,02	
	N4	2,04	1,95	2,03	2,02	2,08	2,08	1,98	1,98	2,01	2,02	
	N5	1,98	2,08	1,95	2,01	2,05	2,08	1,97	2,00	2,01	1,99	
2,5	N1	2,53	2,53	2,54	2,58	2,52	2,51	2,51	2,51	2,52	2,50	
	N2	2,43	2,45	2,45	2,46	2,42	2,52	2,53	2,53	2,54	2,52	
	N3	2,49	2,50	2,50	2,50	2,49	2,47	2,47	2,48	2,48	2,46	
	N4	2,51	2,51	2,52	2,52	2,51	2,43	2,45	2,45	2,46	2,41	
	N5	2,47	2,48	2,48	2,49	2,47	2,50	2,50	2,50	2,50	2,49	
3	N1	3,00	3,01	3,01	3,01	3,01	3,03	3,04	3,04	3,06	3,07	
	N2	3,01	3,02	3,02	3,03	3,03	2,96	2,96	2,96	2,97	2,98	

	N3	3,01	3,02	3,02	3,02	3,03	3,04	3,04	3,04	3,05	3,06
	N4	3,00	3,01	3,01	3,01	3,01	2,99	2,99	2,99	3,00	3,00
	N5	2,95	2,96	2,96	2,98	2,99	2,99	2,99	3,00	3,00	3,00
Límite de detección											
SP					T (UNT)						
SP0,5UNT	N1	0,49	0,48	0,50							
	N2	0,49	0,45	0,54							
	N3	0,51	0,58	0,54							
	N4	0,50	0,51	0,53							
	N5	0,58	0,57	0,53							
SP0,5UNT	N1	0,53	0,54	0,57							
	N2	0,49	0,45	0,45							
	N3	0,44	0,48	0,46							
	N4	0,56	0,49	0,58							
	N5	0,53	0,55	0,55							
SP0,5UNT	N1	0,55	0,48	0,46							
	N2	0,46	0,54	0,46							
	N3	0,47	0,45	0,46							
	N4	0,52	0,52	0,43							
	N5	0,54	0,57	0,56							
SP0,5UNT	N1	0,44	0,49	0,46							
	N2	0,56	0,53	0,54							
	N3	0,47	0,55	0,46							
	N4	0,49	0,52	0,51							
	N5	0,54	0,55	0,51							
SP0,5UNT	N1	0,45	0,47	0,45							
	N2	0,47	0,48	0,49							
	N3	0,44	0,53	0,52							
	N4	0,54	0,55	0,46							
	N5	0,48	0,57	0,45							
SP0,5UNT	N1	0,45	0,45	0,47							
	N2	0,47	0,48	0,47							
	N3	0,51	0,51	0,47							
	N4	0,48	0,54	0,46							
	N5	0,45	0,44	0,50							
Exactitud											
Veracidad											
Procedimiento de adición estándar											
M1											

M1A				M1B				M1C				
M1	0,57	0,56	0,66	M1	0,52	0,53	0,46	M1	0,56	0,57	0,53	
	0,55	0,53	0,49		0,42	0,55	0,43		0,58	0,45	0,46	
	0,57	0,45	0,41		0,54	0,49	0,58		0,52	0,50	0,50	
	0,58	0,56	0,57		0,45	0,52	0,56		0,50	0,51	0,49	
	0,43	0,42	0,45		0,47	0,52	0,59		0,49	0,48	0,48	
M1+0,5	0,95	0,92	0,95	M1+0,145	0,98	0,98	0,97	M1+0,145	0,93	0,93	0,95	
	1,10	1,07	1,01		0,92	1,01	0,93		0,96	0,98	0,97	
	1,02	1,04	0,94		1,01	0,98	1,03		1,02	1,02	1,10	1,03
	1,01	1,01	1,01		0,97	0,98	1,02		0,98	0,99	1,05	
	1,04	1,05	1,03		0,98	0,98	1,05		1,05	1,03	1,02	
M1+0,75	1,23	1,25	1,16	M1+0,215	1,25	1,38	1,35	M1+0,215	1,23	1,22	1,21	
	1,23	1,24	1,27		1,29	1,33	1,17		1,18	1,22	1,26	
	1,28	1,31	1,35		1,32	1,22	1,26		1,33	1,31	1,28	
	1,40	1,35	1,33		1,31	1,28	1,35		1,23	1,22	1,21	
	1,28	1,27	1,26		1,22	1,29	1,18		1,31	1,35	1,37	
M1+1,00	1,54	1,53	1,52	M1+1,01	1,52	1,58	1,57	M1+1,01	1,55	1,54	1,54	
	1,54	1,54	1,47		1,53	1,54	1,47		1,45	1,46	1,59	
	1,59	1,60	1,51		1,53	1,49	1,52		1,62	1,61	1,51	
	1,56	1,56	1,53		1,53	1,52	1,54		1,51	1,51	1,55	
	1,55	1,55	1,52		1,49	1,53	1,49		1,50	1,50	1,52	
M2												
M2A				M2B				M2C				
M2	1,05	1,03	0,99	M2	0,96	1,10	1,02	M2	1,00	0,97	0,97	
	0,94	1,11	0,85		0,97	1,02	0,98		0,97	0,97	0,94	
	1,12	0,94	0,93		0,94	1,04	1,04		0,98	0,95	0,96	
	0,94	0,92	0,92		0,93	0,90	0,93		0,93	0,93	0,93	
	0,93	0,95	0,92		0,95	0,93	0,97		0,92	1,03	0,92	
M2+0,5	1,55	1,59	1,58	M2+0,5	1,57	1,61	1,69	M2+0,5	1,56	1,41	1,48	
	1,58	1,51	1,57		1,56	1,56	1,58		1,57	1,62	1,58	
	1,50	1,55	1,51		1,59	1,58	1,49		1,44	1,43	1,57	
	1,57	1,58	1,53		1,60	1,45	1,43		1,50	1,47	1,51	
	1,50	1,67	1,59		1,42	1,46	1,40		1,51	1,54	1,59	
M2+0,75	1,62	1,65	1,61	M2+0,75	1,62	1,65	1,68	M2+0,75	1,68	1,85	1,83	
	1,77	1,78	1,78		1,66	1,70	1,78		1,78	1,70	1,61	
	1,84	1,77	1,88		1,85	1,80	1,76		1,78	1,76	1,72	
	1,76	1,83	1,84		1,89	1,76	1,81		1,75	1,77	1,81	
	1,77	1,75	1,81		1,83	1,77	1,78		1,80	1,75	1,79	
M2+1,00	1,92	2,23	1,96	M2+1,00	1,99	1,97	1,97	M2+1,00	2,09	1,99	1,93	
	1,96	1,95	1,98		1,91	2,02	2,01		2,06	2,08	2,07	

	2,08	2,08	2,13		2,14	2,09	2,04		2,05	2,14	2,07
	2,16	2,08	2,11		2,01	1,97	1,97		2,05	2,04	2,08
	2,06	2,06	1,92		1,93	1,98	1,98		1,92	1,98	1,96
M3											
M3A				M3B				M3C			
M3	1,55	1,62	1,49	M3	1,70	1,64	1,57	M3	1,55	1,62	1,53
	1,54	1,52	1,66		1,60	1,65	1,66		1,58	1,68	1,57
	1,60	1,68	1,50		1,71	1,53	1,71		1,60	1,68	1,53
	1,56	1,65	1,62		1,70	1,48	1,61		1,53	1,52	1,54
	1,57	1,66	1,65		1,56	1,74	1,73		1,61	1,74	1,57
M3+0,5	2,02	2,10	2,15	M3+0,5	2,12	2,12	2,08	M3+0,5	2,19	2,16	2,08
	2,07	2,13	2,16		2,08	2,11	2,14		2,09	2,15	1,98
	2,09	2,16	2,14		2,14	2,08	2,17		2,00	2,10	2,08
	2,09	2,16	2,12		2,12	2,13	2,19		2,07	2,12	2,07
	2,21	2,18	2,16		2,06	2,13	2,17		2,03	2,10	2,09
M3+0,75	2,48	2,42	2,39	M3+0,75	2,33	2,39	2,33	M3+0,75	2,35	2,26	2,45
	2,33	2,25	2,25		2,30	2,42	2,24		2,47	2,39	2,33
	2,30	2,32	2,28		2,33	2,44	2,33		2,48	2,42	2,38
	2,32	2,23	2,27		2,29	2,39	2,36		2,33	2,25	2,36
	2,47	2,40	2,32		2,45	2,40	2,26		2,44	2,38	2,31
M3+1,00	2,69	2,64	2,53	M3+1,00	2,62	2,49	2,60	M3+1,00	2,68	2,64	2,61
	2,60	2,52	2,54		2,68	2,58	2,50		2,54	2,56	2,61
	2,55	2,57	2,48		2,64	2,57	2,55		2,67	2,62	2,59
	2,55	2,57	2,65		2,55	2,59	2,73		2,66	2,61	2,69
	2,59	2,48	2,53		2,60	2,64	2,66		2,67	2,62	2,61
M4											
M4A				M4B				M4C			
M4	2,59	2,62	2,62	M4	2,69	2,66	2,65	M4	2,60	2,61	2,59
	2,63	2,65	2,63		2,56	2,64	2,62		2,57	2,60	2,62
	2,64	2,62	2,64		2,62	2,62	2,60		2,61	2,58	2,60
	2,62	2,67	2,62		2,65	2,66	2,61		2,58	2,58	2,52
	2,57	2,56	2,55		2,65	2,65	2,69		2,53	2,67	2,57
M4+0,5	3,08	3,12	3,23	M4+0,5	3,14	3,11	3,09	M4+0,5	3,02	2,97	3,05
	3,14	3,11	3,05		3,13	3,06	3,07		3,05	3,06	3,05
	3,13	3,16	3,17		3,19	3,12	3,11		3,02	3,02	3,07
	3,02	3,20	3,13		3,15	3,16	3,18		3,04	3,04	3,08
	3,08	3,20	3,04		3,14	3,14	3,14		2,98	3,10	3,02
M4+0,75	3,39	3,38	3,30	M4+0,75	3,31	3,36	3,37	M4+0,75	3,47	3,32	3,36
	3,38	3,39	3,34		3,36	3,41	3,31		3,29	3,38	3,35
	3,33	3,29	3,35		3,32	3,36	3,35		3,41	3,37	3,40

	3,33	3,43	3,30		3,37	3,37	3,37		3,37	3,26	3,44
	3,34	3,39	3,38		3,37	3,27	3,29		3,28	3,32	3,44
M4+1,00	3,66	3,64	3,64	M4+1,00	3,65	3,61	3,62	M4+1,00	3,67	3,58	3,74
	3,66	3,68	3,69		3,62	3,65	3,61		3,78	3,70	3,58
	3,64	3,64	3,64		3,58	3,63	3,66		3,48	3,62	3,74
	3,68	3,69	3,69		3,66	3,61	3,64		3,67	3,60	3,61
	3,68	3,61	3,61		3,63	3,65	3,61		3,62	3,67	3,67
M5											
M5A				M5B				M5C			
M5	2,38	2,41	2,30	M5	2,37	2,32	2,40	M5	2,33	2,29	2,24
	2,31	2,46	2,33		2,38	2,37	2,37		2,34	2,40	2,34
	2,39	2,51	2,60		2,37	2,37	2,41		2,44	2,48	2,50
	2,53	2,41	2,08		2,29	2,37	2,41		2,46	2,54	2,56
	2,25	2,53	2,50		2,30	2,40	2,41		2,38	2,35	2,29
M5+0,5	2,98	2,78	3,08	M5+0,5	3,02	2,90	2,83	M5+0,5	3,13	3,15	3,10
	2,76	2,89	2,99		3,04	2,89	2,82		3,15	3,01	3,08
	3,03	2,91	3,18		3,04	2,87	2,94		2,86	2,96	2,77
	3,14	2,98	3,13		2,93	2,88	2,95		2,98	3,01	2,97
	2,76	2,71	2,82		2,91	2,85	2,96		2,85	2,90	2,98
M5+0,75	3,12	3,08	3,26	M5+0,75	3,15	3,06	3,08	M5+0,75	3,29	3,38	3,18
	3,04	2,97	3,11		3,14	3,16	3,06		3,29	3,25	3,35
	3,12	2,98	2,98		3,15	3,17	3,12		3,15	3,21	3,24
	3,18	3,10	3,21		3,08	3,16	3,13		3,08	3,22	3,13
	2,99	3,02	3,04		3,05	3,11	3,12		2,96	3,31	3,48
M5+1,00	3,37	3,35	3,31	M5+1,00	3,53	3,38	3,34	M5+1,00	3,53	3,58	3,50
	3,16	3,44	3,50		3,51	3,41	3,23		3,48	3,41	3,41
	3,30	3,34	3,49		3,48	3,42	3,48		3,73	3,50	3,48
	3,27	3,20	3,20		3,39	3,43	3,32		3,28	3,58	3,50
	3,47	3,38	3,33		3,40	3,44	3,44		3,50	3,31	3,44
Precisión											
Repetibilidad											
Repetibilidad Instrumental											
2,0UNT	2,01	2,02	1,99	2,0UNT	1,95	1,98	1,91	2,0UNT	1,94	1,93	1,99
	1,96	1,94	1,97		2,04	2,06	2,02		1,95	1,97	1,95
	2,04	2,02	2,00		2,00	1,96	1,97		2,00	1,98	1,96
	1,99	2,02	2,01		1,98	1,97	1,97		1,94	1,99	1,97
	2,03	2,05	2,04		2,01	1,97	1,97		1,95	1,97	1,93
2,0UNT	1,94	1,93	1,93	2,0UNT	1,94	1,98	1,97	2,0UNT	2,04	1,96	1,95
	1,96	1,92	1,97		2,01	1,96	1,98		1,93	1,94	1,95

		1,99	1,95	2,03			2,03	1,99	1,99		1,95	1,96	1,96	
		2,06	2,04	1,96			1,94	2,03	2,02		2,01	2,03	1,98	
		2,02	2,01	2,00			1,97	1,95	1,95		2,07	2,00	2,00	
Repetibilidad del método														
M1	M1A	0,98	1,01	1,03	M3	M3A	3,06	3,02	2,98	M2	M2A	1,95	2,03	2,01
		0,97	1,00	0,99			3,00	2,99	2,96			1,96	2,00	1,95
		1,05	1,02	1,07			3,02	2,98	3,00			1,99	2,06	2,00
		0,98	1,00	1,02			2,96	3,01	3,00			2,04	2,02	2,01
		0,98	0,97	1,00			3,00	3,05	3,02			2,00	1,99	1,95
	M1B	1,06	1,07	1,04		M3B	3,05	2,97	2,91		M2B	2,02	2,03	2,07
		1,04	1,01	1,02			2,98	3,04	3,07			2,01	2,03	2,03
		1,05	1,02	1,01			3,04	2,99	2,96			1,99	2,00	2,04
		1,04	0,99	1,01			2,93	2,95	2,98			2,01	2,00	2,03
		1,03	1,01	1,00			3,00	2,99	2,96			1,98	1,99	2,04
	M1C	0,97	1,02	1,00		M3C	3,06	2,97	3,00		M2C	1,99	1,98	2,02
		0,99	1,01	1,00			2,96	3,04	3,01			2,00	1,95	2,00
		0,97	1,02	0,98			3,01	3,00	3,02			2,04	2,06	2,01
		0,96	1,00	0,98			3,06	3,03	3,02			2,01	2,03	2,05
		1,00	1,05	1,03			3,00	3,05	2,99			1,99	1,95	2,00

Precisión intermedia

Analista	Día	Replica	Determinación	Lectura			Analista	Día	Replica	Determinación	Lectura		
Analista 1	día 1	Rep1	1	1,82	1,83	1,82	Analista 2	día 1	Rep1	1	1,79	1,78	1,80
			2	1,82	1,83	1,85				2	1,79	1,80	1,84
			3	1,82	1,83	1,87				3	1,81	1,88	1,84
			4	1,83	1,82	1,81				4	1,80	1,81	1,83
			5	1,85	1,84	1,85				5	1,88	1,87	1,83
		Rep2	1	1,78	1,77	1,78			Rep2	1	1,83	1,84	1,87
			2	1,77	1,78	1,78				2	1,79	1,79	1,80
			3	1,77	1,76	1,76				3	1,82	1,81	1,80
			4	1,80	1,79	1,77				4	1,86	1,85	1,88
			5	1,81	1,80	1,82				5	1,83	1,85	1,85
		Rep3	1	1,80	1,81	1,79			Rep3	1	1,85	1,80	1,82
			2	1,81	1,82	1,88				2	1,78	1,86	1,78
			3	1,81	1,84	1,79				3	1,82	1,83	1,78

			4	1,91	1,82	1,80				4	1,84	1,84	1,83
			5	1,84	1,83	1,83				5	1,86	1,89	1,88
	dia 2	Rep1	1	1,82	1,84	1,91				1	1,80	1,81	1,78
			2	1,86	1,86	1,86				2	1,88	1,85	1,86
			3	1,82	1,81	1,82				3	1,79	1,87	1,78
			4	1,82	1,82	1,81				4	1,81	1,84	1,83
			5	1,82	1,82	1,81				5	1,86	1,87	1,83
		Rep2	1	1,82	1,83	1,81				1	1,77	1,79	1,77
			2	1,78	1,77	1,77				2	1,75	1,76	1,77
			3	1,76	1,83	1,83				3	1,83	1,81	1,80
			4	1,83	1,79	1,80				4	1,82	1,83	1,74
			5	1,84	1,76	1,83				5	1,79	1,85	1,82
		Rep3	1	1,76	1,77	1,78				1	1,73	1,73	1,75
			2	1,75	1,77	1,77				2	1,75	1,76	1,75
			3	1,76	1,76	1,77				3	1,79	1,79	1,75
			4	1,77	1,74	1,75				4	1,76	1,82	1,74
			5	1,75	1,74	1,78				5	1,73	1,72	1,78
	dia 3	Rep1	1	1,90	1,90	1,91				1	1,78	1,80	1,81
			2	1,93	1,85	1,90				2	1,82	1,78	1,78
			3	1,85	1,86	1,84				3	1,79	1,80	1,78
			4	1,92	1,91	1,90				4	1,75	1,80	1,79
			5	1,89	1,89	1,93				5	1,80	1,84	1,85
		Rep2	1	1,87	1,85	1,89				1	1,81	1,79	1,79
			2	1,81	1,84	1,82				2	1,84	1,82	1,80
			3	1,86	1,83	1,81				3	1,78	1,79	1,80
			4	1,88	1,83	1,89				4	1,83	1,80	1,81
			5	1,88	1,87	1,84				5	1,82	1,87	1,83
		Rep3	1	1,79	1,76	1,80				1	1,78	1,73	1,79
			2	1,75	1,79	1,73				2	1,71	1,77	1,70
			3	1,76	1,80	1,79				3	1,76	1,75	1,76
			4	1,73	1,77	1,79				4	1,74	1,75	1,75
			5	1,80	1,80	1,81				5	1,74	1,76	1,74

Control de calidad

CCI	T														
1	2,03	1,99	2,01	11	2,02	2,00	2,02	21	1,98	1,99	2,01	31	1,97	1,93	1,98
	2,00	2,02	2,00		1,99	1,98	1,99		1,99	1,99	1,96		1,97	2,04	1,98
	2,01	1,99	2,01		2,05	2,04	2,04		2,00	2,00	2,03		1,94	1,98	1,93
	1,99	2,01	1,99		1,98	1,98	2,00		2,02	2,00	2,02		1,97	1,98	2,02
	2,02	2,03	2,04		2,00	2,02	2,01		1,99	2,01	1,99		2,02	2,00	1,99
2	2,05	2,06	2,01	12	1,97	1,98	1,96	22	2,03	2,03	2,00	32	1,97	1,99	2,00

	1,99	2,00	1,99		2,01	2,00	2,01		1,99	1,98	1,99		2,05	2,00	2,00
	1,99	2,00	1,99		2,01	2,00	2,01		1,98	1,99	1,99		2,05	2,05	2,04
	2,01	2,00	1,99		1,97	1,99	1,97		2,04	2,04	2,00		2,06	2,05	2,03
	2,01	2,00	2,01		1,98	2,00	1,98		2,01	2,02	2,02		2,06	2,06	2,05
3	2,01	2,02	2,02	13	1,98	1,97	1,96	23	2,03	2,03	2,04	33	1,92	2,00	1,98
	2,03	2,03	2,01		1,95	2,00	2,03		2,00	2,02	2,00		1,93	1,97	1,92
	2,04	2,00	2,00		1,93	1,98	1,98		1,98	1,99	2,00		1,96	2,03	1,97
	1,98	1,99	1,98		2,00	2,01	2,00		2,01	1,98	2,01		2,01	1,99	1,98
	2,02	2,00	2,02		2,00	1,99	2,00		2,05	2,04	2,03		1,97	1,96	1,92
4	1,99	2,00	2,04	14	1,97	1,98	2,02	24	1,96	1,93	1,95	34	1,99	1,95	2,00
	1,98	2,00	2,00		2,02	2,00	1,99		1,98	1,99	1,95		2,04	2,02	2,01
	1,96	1,97	2,01		1,99	2,01	2,03		1,94	1,96	2,00		2,01	2,03	2,03
	1,98	1,97	2,00		1,97	1,93	1,98		2,00	1,95	1,95		1,99	2,00	2,04
	1,95	1,96	2,01		1,93	2,01	1,99		2,30	2,43	2,12		2,00	1,99	1,95
5	1,96	1,95	1,99	15	1,98	1,93	1,98	25	1,95	1,90	1,95	35	1,97	2,03	1,99
	1,97	1,92	1,97		1,99	2,01	2,01		1,96	1,95	1,98		1,95	1,99	1,99
	2,01	2,03	1,98		1,96	1,97	2,02		1,91	1,95	1,90		2,01	2,01	2,00
	1,98	2,00	2,02		1,98	1,97	1,93		1,93	1,94	1,99		1,99	1,98	2,00
	1,96	1,92	1,97		2,02	2,04	1,99		1,96	1,98	2,00		1,99	1,91	1,98
6	2,00	2,01	2,05	16	1,99	2,00	1,99	26	2,00	2,00	2,00	36	2,01	1,94	2,02
	1,94	1,98	1,93		2,02	2,00	1,98		1,99	1,98	2,02		2,01	2,02	1,98
	1,98	1,98	1,98		1,98	1,97	1,93		1,95	2,03	2,01		1,96	1,94	2,01
	1,99	1,98	2,01		1,97	1,98	2,00		1,99	2,06	2,00		1,95	2,00	2,07
	1,97	1,96	2,00		1,92	1,93	1,95		2,04	2,06	2,01		2,04	1,91	1,95
7	1,95	1,95	1,99	17	1,94	1,95	1,98	27	1,95	1,99	1,99	37	1,95	1,96	1,96
	1,97	1,97	1,95		2,04	2,05	2,00		1,97	2,03	1,99		1,99	1,98	1,99
	1,94	1,95	1,98		1,99	2,05	2,01		1,92	2,02	2,00		1,97	1,97	1,96
	1,96	2,00	1,99		2,00	1,99	1,99		2,01	2,01	1,99		1,96	1,95	1,98
	2,05	1,97	1,97		1,96	1,98	2,01		2,01	2,03	2,05		1,99	1,96	1,96
8	2,01	2,01	1,99	18	2,01	2,01	2,00	28	1,98	1,99	1,98	38	1,98	2,00	2,04
	2,02	2,04	2,03		2,00	1,95	1,96		1,96	1,95	1,99		1,99	2,05	2,01
	1,98	1,97	2,00		1,99	1,98	2,00		1,98	1,99	1,98		1,96	1,99	2,04
	2,00	2,02	2,05		1,96	2,00	1,99		2,00	1,99	2,00		2,00	1,92	1,92
	2,01	2,01	1,99		1,95	1,95	1,99		1,99	2,01	1,99		2,00	1,99	1,99
9	2,05	1,98	2,06	19	2,02	2,04	2,03	29	1,98	1,98	1,98	39	1,96	2,00	1,96
	2,00	2,03	2,08		1,96	2,00	1,96		2,00	2,01	2,05		1,92	2,02	2,00
	2,00	1,98	2,05		1,98	1,97	2,00		1,93	2,01	1,99		2,04	2,05	2,00
	2,03	2,04	2,05		2,01	2,02	1,98		1,98	1,97	1,93		1,96	1,98	2,01
	2,01	2,02	1,97		1,99	1,91	1,98		1,96	1,97	2,02		1,96	1,94	2,01
10	2,01	2,03	2,04	20	2,01	2,01	2,02	30	1,98	1,93	1,98	40	1,99	1,99	1,98

	2,01	1,94	2,02		1,93	1,97	2,01		1,97	1,96	2,00		1,93	1,97	2,01
	1,96	1,94	2,01		1,98	2,00	1,98		1,99	1,98	2,01		2,00	1,95	1,96
	1,95	2,00	2,07		1,96	1,99	2,04		1,99	2,01	2,01		2,01	2,03	2,04
	1,97	1,97	1,95		2,00	1,98	1,98		1,99	2,01	2,03		1,98	2,00	1,98

1.2. Validación del método fotométrico DFD (S.M. - 4500-CL G) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P

Calibración													
P	ppm	N1	N2	N3	N4	N5	P	ppm	N1	N2	N3	N4	N5
P0	0	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	P4	2,16	0,657	0,658	0,658	0,658	0,658
		0,008	0,008	0,008	0,008	0,008			0,644	0,643	0,643	0,643	0,643
		0,008	0,008	0,008	0,009	0,008			0,657	0,657	0,657	0,657	0,657
		0,005	0,005	0,005	0,008	0,008			0,657	0,675	0,675	0,675	0,676
		0,003	0,003	0,003	0,001	0,001			0,659	0,658	0,658	0,658	0,658
P1	0,27	0,098	0,098	0,099	0,099	0,099	P5	3,02	0,906	0,906	0,906	0,906	0,907
		0,081	0,082	0,082	0,082	0,082			0,880	0,880	0,879	0,880	0,881
		0,083	0,082	0,083	0,084	0,084			0,883	0,884	0,884	0,885	0,885
		0,069	0,070	0,070	0,070	0,070			0,907	0,907	0,907	0,908	0,908
		0,077	0,075	0,075	0,075	0,075			0,882	0,882	0,883	0,884	0,889
P2	0,54	0,167	0,167	0,168	0,168	0,168	P6	3,99	1,175	1,174	1,175	1,175	1,175
		0,161	0,161	0,161	0,160	0,161			1,195	1,179	1,179	1,180	1,180
		0,178	0,179	0,179	0,179	0,179			1,172	1,173	1,173	1,173	1,174
		0,156	0,157	0,157	0,156	0,157			1,185	1,185	1,185	1,185	1,186
		0,168	0,167	0,167	0,167	0,167			1,191	1,191	1,191	1,190	1,190
P3	1,29	0,373	0,373	0,373	0,373	0,373							
		0,367	0,367	0,368	0,368	0,368							
		0,355	0,355	0,355	0,356	0,355							
		0,351	0,351	0,351	0,351	0,352							
		0,375	0,375	0,374	0,375	0,375							
Efecto general de la matriz													
Efecto 1													
		Abs 550 nm											
		N1	N2	N3	N4	N5							
M1	100	0,085	0,087	0,087	0,086	0,084							
		0,078	0,078	0,078	0,075	0,075							
		0,066	0,066	0,067	0,067	0,070							
		0,072	0,074	0,072	0,074	0,073							
		0,074	0,074	0,074	0,074	0,073							
M1 P1	0,00	0,075	0,075	0,076	0,076	0,076							
		0,074	0,073	0,074	0,075	0,075							

		0,083	0,082	0,083	0,084	0,084
		0,071	0,072	0,072	0,072	0,072
		0,064	0,065	0,065	0,065	0,065
M1 P2	0,00	0,172	0,171	0,171	0,169	0,172
		0,180	0,180	0,179	0,179	0,180
		0,169	0,168	0,168	0,166	0,170
		0,165	0,164	0,164	0,162	0,165
		0,172	0,171	0,175	0,173	0,176
M1 P3	0,00	0,365	0,364	0,365	0,363	0,363
		0,378	0,377	0,378	0,376	0,376
		0,365	0,364	0,364	0,360	0,360
		0,354	0,353	0,354	0,351	0,351
		0,371	0,370	0,371	0,369	0,369
M1 P4	0,01	0,592	0,586	0,591	0,579	0,583
		0,583	0,578	0,584	0,571	0,571
		0,591	0,596	0,592	0,590	0,591
		0,605	0,605	0,611	0,610	0,610
		0,598	0,598	0,598	0,598	0,597
M1 P5	0,01	0,871	0,870	0,871	0,869	0,870
		0,880	0,879	0,880	0,887	0,888
		0,872	0,871	0,872	0,872	0,872
		0,875	0,874	0,875	0,874	0,874
		0,883	0,882	0,882	0,879	0,873
M1 P6	0,01	1,149	1,146	1,147	1,149	1,148
		1,160	1,162	1,162	1,165	1,164
		1,150	1,149	1,149	1,151	1,151
		1,162	1,160	1,160	1,162	1,162
		1,162	1,160	1,160	1,161	1,160
Efecto 2						
		Abs 550 nm				
		N1	N2	N3	N4	N5
M2	100	0,588	0,588	0,583	0,583	0,589
		0,577	0,578	0,578	0,578	0,578
		0,552	0,552	0,564	0,559	0,565
		0,564	0,560	0,573	0,567	0,572
		0,568	0,567	0,568	0,573	0,569
M2 P1	0,00	0,050	0,052	0,052	0,050	0,052
		0,060	0,060	0,060	0,060	0,060
		0,054	0,054	0,058	0,053	0,053
		0,067	0,067	0,068	0,068	0,069

		0,068	0,068	0,069	0,069	0,069
M2 P2	0,00	0,152	0,152	0,151	0,151	0,150
		0,158	0,158	0,158	0,157	0,157
		0,146	0,146	0,146	0,144	0,143
		0,140	0,140	0,141	0,141	0,141
		0,134	0,134	0,134	0,134	0,134
M2 P3	0,00	0,367	0,367	0,367	0,367	0,367
		0,370	0,371	0,371	0,371	0,370
		0,352	0,352	0,352	0,352	0,351
		0,365	0,365	0,365	0,365	0,366
		0,360	0,359	0,359	0,360	0,360
M2 P4	0,01	0,610	0,610	0,610	0,611	0,610
		0,613	0,611	0,613	0,613	0,611
		0,592	0,593	0,592	0,592	0,592
		0,605	0,605	0,605	0,605	0,604
		0,601	0,601	0,601	0,601	0,601
M2 P5	0,01	0,870	0,870	0,870	0,871	0,871
		0,883	0,884	0,884	0,885	0,885
		0,880	0,883	0,883	0,883	0,883
		0,862	0,861	0,860	0,860	0,862
		0,865	0,865	0,865	0,865	0,868
M2 P6	0,01	1,155	1,153	1,155	1,155	1,154
		1,173	1,173	1,173	1,172	1,172
		1,162	1,162	1,162	1,162	1,165
		1,189	1,192	1,189	1,189	1,189
		1,177	1,175	1,177	1,177	1,178
Efecto 3						
		Abs 550 nm				
		N1	N2	N3	N4	N5
M3	100	0,958	0,957	0,957	0,957	0,957
		0,968	0,967	0,966	0,968	0,968
		0,970	0,970	0,970	0,970	0,970
		0,969	0,969	0,970	0,970	0,970
		0,960	0,960	0,960	0,958	0,958
M3 P1	0,00	0,100	0,100	0,101	0,101	0,101
		0,099	0,098	0,099	0,100	0,100
		0,108	0,107	0,108	0,109	0,109
		0,096	0,097	0,097	0,097	0,097
		0,089	0,090	0,090	0,090	0,090
M3 P2	0,0	0,177	0,177	0,176	0,176	0,177

		0,172	0,172	0,171	0,171	0,171
		0,179	0,179	0,182	0,182	0,182
		0,183	0,183	0,183	0,183	0,183
		0,176	0,176	0,175	0,175	0,175
M3 P3	0,00	0,388	0,388	0,388	0,388	0,388
		0,381	0,381	0,380	0,378	0,378
		0,375	0,375	0,375	0,374	0,373
		0,398	0,398	0,398	0,398	0,398
		0,385	0,385	0,385	0,385	0,385
M3 P4	0,01	0,676	0,676	0,675	0,675	0,679
		0,667	0,668	0,668	0,667	0,667
		0,651	0,652	0,652	0,652	0,653
		0,686	0,687	0,687	0,688	0,688
		0,672	0,672	0,672	0,670	0,670
M3 P5	0,01	0,881	0,881	0,881	0,881	0,882
		0,890	0,890	0,890	0,899	0,900
		0,883	0,883	0,883	0,885	0,885
		0,882	0,882	0,882	0,883	0,883
		0,889	0,889	0,888	0,887	0,881
M3 P6	0,01	1,159	1,158	1,159	1,159	1,159
		1,170	1,174	1,174	1,175	1,175
		1,161	1,162	1,162	1,162	1,163
		1,169	1,169	1,169	1,169	1,170
		1,172	1,172	1,172	1,171	1,171
Límite de detección						
		Abs				
B1		0,009	0,008	0,008	0,008	
		0,009	0,008	0,008	0,008	
B2		0,009	0,008	0,008	0,008	
		0,008	0,008	0,008	0,008	
B3		0,005	0,005	0,005	0,005	
		0,008	0,008	0,008	0,008	
B4		0,008	0,008	0,008	0,008	
		0,008	0,008	0,008	0,008	
B5		0,006	0,006	0,006	0,006	
		0,007	0,007	0,007	0,001	
B6		0,008	0,008	0,008	0,008	
		0,003	0,003	0,003	0,003	
Exactitud						
Veracidad						

	Abs				Abs				Abs		
M1	0,057	0,055	0,054	M2	0,188	0,187	0,187	M3	0,308	0,308	0,308
	0,058	0,059	0,058		0,181	0,181	0,181		0,303	0,303	0,303
M1 + 0,25	0,129	0,129	0,129	M2 + 0,25	0,261	0,261	0,262	M3 + 0,25	0,380	0,380	0,381
	0,125	0,125	0,125		0,250	0,251	0,251		0,376	0,376	0,376
M1 + 0,50	0,210	0,213	0,213	M2 + 0,50	0,329	0,33	0,336	M3 + 0,50	0,460	0,460	0,460
	0,208	0,210	0,210		0,347	0,348	0,348		0,453	0,452	0,452
M1 + 0,75	0,285	0,285	0,283	M2 + 0,75	0,411	0,411	0,399	M3 + 0,75	0,518	0,518	0,518
	0,291	0,291	0,291		0,422	0,422	0,400		0,527	0,527	0,527
M1	0,059	0,059	0,06	M2	0,185	0,186	0,186	M3	0,308	0,308	0,308
	0,056	0,056	0,056		0,185	0,186	0,186		0,310	0,310	0,310
M1 + 0,25	0,130	0,130	0,129	M2 + 0,25	0,246	0,245	0,245	M3 + 0,25	0,378	0,376	0,376
	0,125	0,125	0,125		0,259	0,259	0,259		0,375	0,372	0,372
M1 + 0,50	0,217	0,217	0,217	M2 + 0,50	0,334	0,352	0,352	M3 + 0,50	0,438	0,437	0,437
	0,215	0,214	0,214		0,336	0,335	0,335		0,452	0,452	0,455
M1 + 0,75	0,288	0,288	0,288	M2 + 0,75	0,394	0,394	0,409	M3 + 0,75	0,530	0,530	0,530
	0,291	0,291	0,291		0,408	0,408	0,409		0,531	0,531	0,531
M1	0,060	0,060	0,060	M2	0,2000	0,1840	0,1840	M3	0,299	0,300	0,300
	0,056	0,056	0,056		0,1770	0,1770	0,1770		0,313	0,312	0,313
M1 + 0,25	0,135	0,135	0,134	M2 + 0,25	0,2640	0,2640	0,2640	M3 + 0,25	0,400	0,400	0,401
	0,129	0,129	0,129		0,2690	0,2690	0,2690		0,379	0,377	0,377
M1 + 0,50	0,217	0,217	0,217	M2 + 0,50	0,3340	0,3340	0,3350	M3 + 0,50	0,454	0,455	0,455
	0,215	0,214	0,214		0,3300	0,3280	0,3290		0,442	0,443	0,443
M1 + 0,75	0,290	0,290	0,288	M2 + 0,75	0,4090	0,4090	0,4090	M3 + 0,75	0,527	0,526	0,527
	0,291	0,291	0,291		0,4050	0,4050	0,4080		0,542	0,542	0,543
M4	0,441	0,439	0,439	M5	0,553	0,553	0,555	M6	0,695	0,695	0,694
	0,428	0,428	0,428		0,561	0,561	0,561		0,690	0,690	0,690
M4 + 0,25	0,502	0,503	0,503	M5 + 0,25	0,630	0,630	0,631	M6 + 0,25	0,745	0,745	0,745
	0,499	0,509	0,512		0,638	0,637	0,638		0,751	0,750	0,750
M4 + 0,50	0,566	0,570	0,570	M5 + 0,50	0,675	0,675	0,678	M6 + 0,50	0,809	0,816	0,816
	0,562	0,565	0,562		0,670	0,669	0,669		0,805	0,805	0,805
M4 + 0,75	0,636	0,636	0,636	M5 + 0,75	0,771	0,771	0,771	M6 + 0,75	0,873	0,873	0,873
	0,640	0,640	0,642		0,767	0,767	0,767		0,872	0,872	0,872
M4	0,425	0,425	0,424	M5	0,564	0,564	0,564	M6	0,685	0,684	0,683
	0,428	0,428	0,428		0,558	0,558	0,558		0,689	0,689	0,688
M4 +	0,498	0,498	0,498	M5	0,635	0,635	0,635	M6 +	0,755	0,755	0,754

0,25	0,492	0,492	0,495	+ 0,25	0,628	0,628	0,628	0,25	0,753	0,752	0,753
M4 + 0,50	0,580	0,580	0,582	M5 +	0,690	0,690	0,690	M6 + 0,50	0,809	0,812	0,815
	0,586	0,586	0,586		0,50	0,699	0,699		0,698	0,825	0,825
M4 + 0,75	0,640	0,640	0,640	M5 +	0,760	0,760	0,761	M6 + 0,75	0,889	0,890	0,890
	0,631	0,630	0,631		0,75	0,767	0,767		0,767	0,860	0,860
M4	0,419	0,422	0,419	M5	0,570	0,570	0,571	M6	0,660	0,660	0,661
	0,418	0,418	0,418		0,566	0,566	0,566		0,650	0,650	0,650
M4 + 0,25	0,492	0,492	0,492	M5 +	0,618	0,618	0,618	M6 + 0,25	0,731	0,731	0,729
	0,484	0,484	0,483		0,25	0,610	0,611		0,610	0,733	0,734
M4 + 0,50	0,557	0,558	0,558	M5 +	0,701	0,701	0,702	M6 + 0,50	0,796	0,795	0,795
	0,555	0,555	0,555		0,50	0,689	0,689		0,689	0,788	0,788
M4 + 0,75	0,619	0,619	0,620	M5 +	0,740	0,740	0,740	M6 + 0,75	0,850	0,850	0,852
	0,628	0,628	0,628		0,75	0,762	0,761		0,762	0,853	0,853
M7	0,815	0,813	0,813	M7	0,805	0,805	0,805	M7	0,795	0,794	0,795
	0,810	0,810	0,810		0,794	0,793	0,792		0,798	0,798	0,798
M7 + 0,25	0,872	0,872	0,872	M7 +	0,858	0,858	0,855	M7 + 0,25	0,847	0,847	0,846
	0,879	0,879	0,879		0,25	0,863	0,863		0,863	0,842	0,842
M7 + 0,50	0,934	0,934	0,934	M7 +	0,921	0,921	0,920	M7 + 0,50	0,918	0,921	0,921
	0,931	0,933	0,933		0,50	0,913	0,915		0,915	0,915	0,916
M7 + 0,75	0,995	0,994	0,995	M7 +	0,985	0,985	0,985	M7 + 0,75	0,976	0,973	0,973
	0,996	0,996	0,996		0,75	0,980	0,979		0,979	0,970	0,965
Precisión											
Repetibilidad											
Valor Nominal					0,570		0,570	0,570			
					SP2,0		0,559	0,559	0,558		
							0,580	0,580	0,580		
					SP2,0		0,585	0,586	0,586		
							0,600	0,600	0,600		
					SP2,0		0,590	0,590	0,595		
							0,593	0,592	0,593		
					SP2,0		0,602	0,602	0,602		
							0,598	0,598	0,600		
					SP2,0		0,610	0,610	0,610		
							0,561	0,561	0,561		
					SP2,0		0,583	0,583	0,583		
Baja					0,060		0,058	0,058			
					B1		0,082	0,082	0,082		

			0,052	0,053	0,053		
	B2		0,066	0,067	0,067		
			0,065	0,053	0,053		
	B3		0,064	0,066	0,058		
Media	Me1		0,553	0,553	0,553		
			0,538	0,537	0,537		
	Me2		0,565	0,565	0,565		
			0,575	0,575	0,575		
	Me3		0,570	0,570	0,570		
			0,541	0,542	0,543		
Alta	A1		1,066	1,068	1,067		
			1,094	1,094	1,094		
	A2		1,082	1,082	1,082		
			1,061	1,071	1,061		
	A3		1,082	1,082	1,083		
			1,095	1,095	1,096		
Precisión intermedia							
Analista 1	Dia1	Rep1	0,702	0,702	0,702		
Analista 1	Dia1	Rep1	0,708	0,709	0,710		
Analista 1	Dia1	Rep2	0,693	0,693	0,693		
Analista 1	Dia1	Rep2	0,706	0,706	0,706		
Analista 1	Dia1	Rep3	0,681	0,681	0,681		
Analista 1	Dia1	Rep3	0,678	0,678	0,678		
Analista 2	Dia1	Rep1	0,667	0,667	0,670		
Analista 2	Dia1	Rep1	0,672	0,675	0,675		
Analista 2	Dia1	Rep2	0,685	0,685	0,680		
Analista 2	Dia1	Rep2	0,678	0,678	0,676		
Analista 2	Dia1	Rep3	0,640	0,643	0,639		
Analista 2	Dia1	Rep3	0,635	0,635	0,630		
Control de calidad							
CCI	Abs			CCI	Abs		
1	0,590	0,593	0,593	16	0,592	0,623	0,558
2	0,590	0,590	0,590	17	0,602	0,590	0,590
3	0,586	0,586	0,590	18	0,590	0,596	0,595
4	0,586	0,586	0,590	19	0,590	0,594	0,594
5	0,592	0,623	0,558	20	0,595	0,590	0,590
6	0,592	0,588	0,588	21	0,593	0,593	0,593
7	0,587	0,587	0,590	22	0,601	0,601	0,580
8	0,595	0,591	0,591	23	0,575	0,599	0,599
9	0,595	0,595	0,595	24	0,595	0,625	0,560

10	0,593	0,593	0,592	25	0,588	0,588	0,588
11	0,590	0,595	0,592	26	0,590	0,592	0,587
12	0,593	0,593	0,588	27	0,588	0,588	0,588
13	0,602	0,590	0,590	28	0,591	0,592	0,580
14	0,602	0,585	0,590	29	0,592	0,592	0,592
15	0,578	0,579	0,606	30	0,590	0,620	0,556

1.3. Validación del Método Volumétrico o de Titulación (S. M. - 2320 B) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P

Calibración							
S P	V de titulación (mL)	Acido (mol HCl/L)	p.p.m. resp (mg CaCO ₃ /L) de	SP	V de titulación (mL)	Acido (mol HCl/L)	ppm resp (mg de CaCO ₃ /L)
S P0	0,75	0,020	49	SP 3	3,00	0,020	196
	0,75	0,020	49		3,05	0,020	199
	0,80	0,020	52		3,10	0,020	203
	0,80	0,020	52		3,10	0,020	203
	0,80	0,020	52		3,10	0,020	203
S P1	1,55	0,020	101	SP 4	3,85	0,020	252
	1,55	0,020	101		3,85	0,020	252
	1,50	0,020	98		3,80	0,020	248
	1,55	0,020	101		3,80	0,020	248
	1,50	0,020	98		3,80	0,020	248
S P2	2,30	0,020	150	SP 5	4,65	0,020	304
	2,25	0,020	147		4,65	0,020	304
	2,30	0,020	150		4,65	0,020	304
	2,30	0,020	150		4,60	0,020	301
	2,25	0,020	147		4,60	0,020	301
Efecto de matriz							
SPM	Acido (mol HCl/L)	Efecto 1		Efecto 2		Efecto 3	
SPM (ppm de CaCO ₃)	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg CaCO ₃ /L) de	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg CaCO ₃ /L) de	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg CaCO ₃ /L) de
50	0,020	0,80	53	0,80	53	0,75	49
	0,020	0,75	49	0,75	49	0,75	49
	0,020	0,75	49	0,80	53	0,80	53
	0,020	0,70	46	0,75	49	0,80	53
	0,020	0,80	53	0,75	49	0,70	46
100	0,020	1,50	99	1,50	99	1,50	99
	0,020	1,50	99	1,50	99	1,45	96

	0,020	1,50	99	1,50	99	1,55	102
	0,020	1,55	102	1,45	96	1,55	102
	0,020	1,55	102	1,55	102	1,55	102
150	0,020	2,30	152	2,30	152	2,30	152
	0,020	2,25	148	2,30	152	2,35	155
	0,020	2,30	152	2,30	152	2,35	155
	0,020	2,25	148	2,35	155	2,30	152
	0,020	2,30	152	2,20	145	2,25	148
200	0,020	3,05	201	3,00	198	3,00	198
	0,020	3,05	201	3,00	198	3,00	198
	0,020	3,00	198	3,00	198	3,05	201
	0,020	3,00	198	2,95	195	3,05	201
	0,020	3,00	198	2,95	195	3,05	201
250	0,020	3,75	247	3,80	251	3,80	251
	0,020	3,80	251	3,80	251	3,80	251
	0,020	3,80	251	3,80	251	3,80	251
	0,020	3,85	254	3,75	247	3,85	254
	0,020	3,85	254	3,75	247	3,85	254
300	0,020	4,55	300	4,50	297	4,65	307
	0,020	4,55	300	4,50	297	4,65	307
	0,020	4,60	303	4,60	303	4,50	297
	0,020	4,50	297	4,60	303	4,55	300
	0,020	4,55	300	4,60	303	4,55	300
Límite de detección							
		HCl (mol/L)		V de titulación (mL)		p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)	
SP50							
SP50 - 1		0,019		0,80		50	
		0,019		0,80		50	
		0,019		0,75		46	
		0,019		0,75		46	
		0,019		0,75		46	
SP50 - 2		0,019		0,80		50	
		0,019		0,80		50	
		0,019		0,80		50	
		0,019		0,75		46	
		0,019		0,75		46	
SP50 - 3		0,019		0,75		46	
		0,019		0,80		50	

	0,019		0,80		50			
	0,019		0,75		46			
	0,019		0,80		50			
SP50 - 4	0,019		0,75		46			
	0,019		0,75		46			
	0,019		0,80		50			
	0,019		0,80		50			
	0,019		0,70		43			
SP50 - 5	0,019		0,75		46			
	0,019		0,75		46			
	0,019		0,80		50			
	0,019		0,85		53			
	0,019		0,80		50			
SP50 - 6	0,019		0,85		53			
	0,019		0,80		50			
	0,019		0,85		53			
	0,019		0,80		50			
	0,019		0,80		50			
Exactitud								
Veracidad								
M1								
M1A	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)	M1B	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)	M1C	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)
M1A	1,60	99	M1B	1,55	96	M1C	1,55	96
	1,60	99		1,60	99		1,60	99
	1,60	99		1,60	99		1,65	102
	1,55	96		1,60	99		1,60	99
	1,60	99		1,55	96		1,60	99
M1A + 100	3,20	198	M1B + 100	3,25	201	M1C + 100	3,20	198
	3,20	198		3,20	198		3,30	204
	3,25	201		3,25	201		3,25	201
	3,20	198		3,20	198		3,25	201
	3,20	198		3,20	198		3,25	201
M1A + 150	4,00	248	M1B + 150	3,95	245	M1C + 150	4,00	248
	4,00	248		3,95	245		4,00	248
	4,05	251		4,00	248		4,00	248
	4,05	251		4,00	248		3,95	245
	4,05	251		4,00	248		4,00	248
M1A	4,80	297	M1B	4,80	297	M1C	4,75	294

+ 200	4,75	294	+ 200	4,80	297	+ 200	4,80	297
	4,80	297		4,75	294		4,80	297
	4,78	296		4,80	297		4,80	297
	4,80	297		4,80	297		4,80	297
M2								
M2A	V de titulación (mL)	p.p.m. resp de CaCO ₃ /L	M2B	V de titulación (mL)	p.p.m. resp de CaCO ₃ /L	M2C	V de titulación (mL)	p.p.m. resp de CaCO ₃ /L
M2A	1,65	102	M2B	1,65	102	M2C	1,65	102
	1,65	102		1,65	102		1,65	102
	1,65	102		1,60	99		1,60	99
	1,70	105		1,60	99		1,60	99
	1,60	99		1,60	99		1,70	105
M2A + 100	3,25	201	M2B + 100	3,25	201	M2C + 100	3,25	201
	3,25	201		3,20	198		3,30	204
	3,20	198		3,20	198		3,35	207
	3,30	204		3,25	201		3,25	201
	3,30	204		3,25	201		3,25	201
M2A + 150	4,05	251	M2B + 150	4,05	251	M2C + 150	4,10	254
	4,05	251		4,05	251		4,10	254
	4,05	251		4,05	251		4,05	251
	4,10	254		4,00	248		4,05	251
	4,10	254		4,00	248		4,10	254
M2A + 200	4,90	303	M2B + 200	4,90	303	M2C + 200	4,90	303
	4,90	303		4,85	300		4,95	307
	4,90	303		4,85	300		4,90	303
	4,85	300		4,85	300		4,90	303
	4,85	300		4,90	303		4,90	303
M2								
M3A	V de titulación (mL)	p.p.m. resp de CaCO ₃ /L	M3B	V de titulación (mL)	p.p.m. resp de CaCO ₃ /L	M3C	V de titulación (mL)	p.p.m. resp de CaCO ₃ /L
M3A	1,70	105	M3B	1,75	108	M3C	1,75	108
	1,65	102		1,75	108		1,70	105
	1,65	102		1,75	108		1,70	105
	1,70	105		1,65	102		1,75	108
	1,70	105		1,65	102		1,60	99
M3A + 100	3,35	207	M3B + 100	3,35	207	M3C + 100	3,30	204
	3,30	204		3,35	207		3,25	201
	3,30	204		3,35	207		3,30	204
	3,35	207		3,35	207		3,30	204

	3,35	207		3,35	207		3,35	207
M3A + 150	4,15	257	M3B + 150	4,20	260	M3C + 150	4,15	257
	4,15	257		4,25	263		4,10	254
	4,10	254		4,00	248		4,10	254
	4,10	254		4,00	248		4,10	254
	4,15	257		4,10	254		4,15	257
M3A + 200	4,90	303	M3B + 200	5,00	310	M3C + 200	4,90	303
	4,85	300		5,00	310		4,90	303
	4,85	300		4,95	307		4,85	300
	4,90	303		5,00	310		4,85	300
	4,95	307		4,95	307		4,95	307
Precisión								
Repetibilidad instrumental								
SP	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)			p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)			
SP200 - 1	0,018	3,45			201			
	0,018	3,40			199			
	0,018	3,40			199			
	0,018	3,45			201			
	0,018	3,45			201			
SP200 - 2	0,018	3,45			201			
	0,018	3,40			199			
	0,018	3,40			199			
	0,018	3,45			201			
	0,018	3,50			204			
SP200 - 3	0,018	3,50			204			
	0,018	3,50			204			
	0,018	3,50			204			
	0,018	3,45			201			
	0,018	3,45			201			
SP200 - 4	0,018	3,40			199			
	0,018	3,40			199			
	0,018	3,40			199			
	0,018	3,45			201			
	0,018	3,45			201			
SP200 - 5	0,018	3,40			199			
	0,018	3,35			196			
	0,018	3,40			199			
	0,018	3,40			199			
	0,018	3,45			201			
SP200 - 6	0,018	3,40			199			

	0,018	3,40	199
	0,018	3,40	199
	0,018	3,45	201
	0,018	3,45	201

Repetibilidad Método

M	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)	M	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)	M	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)
M1 R1	0,018	1,55	90	M2 R1	0,018	1,75	102	M3 R1	0,018	1,90	111
	0,018	1,60	93		0,018	1,75	102		0,018	1,90	111
	0,018	1,60	93		0,018	1,80	105		0,018	1,95	114
	0,018	1,45	85		0,018	1,75	102		0,018	1,95	114
	0,018	1,45	85		0,018	1,80	105		0,018	1,95	114
M1 R2	0,018	1,50	88	M2 R2	0,018	1,70	99	M3 R2	0,018	1,85	108
	0,018	1,55	90		0,018	1,70	99		0,018	1,80	105
	0,018	1,55	90		0,018	1,75	102		0,018	1,90	111
	0,018	1,60	93		0,018	1,75	102		0,018	1,90	111
	0,018	1,60	93		0,018	1,80	105		0,018	1,95	114
M1 R3	0,018	1,50	88	M2 R3	0,018	1,80	105	M3 R3	0,018	1,85	108
	0,018	1,50	88		0,018	1,80	105		0,018	1,95	114
	0,018	1,55	90		0,018	1,85	108		0,018	1,95	114
	0,018	1,50	88		0,018	1,75	102		0,018	1,90	111
	0,018	1,50	88		0,018	1,80	105		0,018	1,90	111

Precisión intermedia

Analista 1

Dia1

Dia2

Bureta1

Bureta1

R	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)	R	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO ₃ /L)
Rep 1	0,023	1,35	104	Rep1	0,023	1,30	100
	0,023	1,35	104		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,35	104
	0,023	1,40	108		0,023	1,35	104
Rep 2	0,023	1,35	104	Rep2	0,023	1,25	96
	0,023	1,40	108		0,023	1,30	100
	0,023	1,35	104		0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,30	100

	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
Rep 3	0,023	1,30	100	Rep3	0,023	1,40	108
	0,023	1,30	100		0,023	1,35	104
	0,023	1,25	96		0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,25	96
Bureta2				Bureta2			
R	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO3/L)	R	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO3/L)
Rep 1	0,023	1,35	104	Rep1	0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,25	96
	0,023	1,30	100		0,023	1,25	96
	0,023	1,30	100		0,023	1,35	104
	0,023	1,40	108		0,023	1,35	104
	0,023	1,30	100		0,023	1,25	96
Rep 2	0,023	1,35	104	Rep2	0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,35	104
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,35	104		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
Rep 3	0,023	1,35	104	Rep3	0,023	1,35	104
	0,023	1,40	108		0,023	1,25	96
	0,023	1,40	108		0,023	1,25	96
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,35	104		0,023	1,30	100
	0,023	1,35	104		0,023	1,25	96
Analista 2							
Dia1				Dia2			
Bureta1				Bureta1			
R	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO3/L)	R	HCl (mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO3/L)
Rep 1	0,023	1,30	100	Rep1	0,023	1,20	93
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,35	104		0,023	1,30	100
	0,023	1,45	112		0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,35	104
Rep 2	0,023	1,40	108	Rep2	0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,40	108		0,023	1,25	96
	0,023	1,40	108		0,023	1,25	96

Rep 3	0,023	1,35	104	Rep3	0,023	1,30	100
	0,023	1,35	104		0,023	1,30	100
	0,023	1,40	108		0,023	1,35	104
	0,023	1,40	108		0,023	1,40	108
	0,023	1,40	108		0,023	1,30	100
Bureta2				Bureta2			
R	HCl(mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO3/L)	R	HCl(mol/L)	V de titulación (mL)	p.p.m. resp (mg de CaCO3/L)
Rep 1	0,023	1,25	96	Rep1	0,023	1,35	104
	0,023	1,25	96		0,023	1,35	104
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,35	104		0,023	1,30	100
Rep 2	0,023	1,35	104	Rep2	0,023	1,40	108
	0,023	1,35	104		0,023	1,45	112
	0,023	1,30	100		0,023	1,45	112
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
Rep 3	0,023	1,30	100	Rep3	0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,35	104
	0,023	1,35	104		0,023	1,35	104
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
	0,023	1,30	100		0,023	1,30	100
Control de Calidad							
CCI	ppm de CaCO ₃						
1	204	203	195	196	205		
2	203	205	200	199	198		
3	200	203	198	201	200		
4	202	202	200	200	202		
5	201	202	200	195	199		
6	202	200	202	200	200		
7	198	199	202	203	200		
8	202	198	195	205	201		
9	203	202	201	198	199		
10	197	201	203	201	196		
11	199	199	200	203	203		
12	197	199	199	198	205		
13	193	203	202	202	202		
14	197	198	203	200	202		

15	202	198	201	200	203
16	202	203	201	199	200
17	198	200	197	204	203
18	199	197	202	201	202
19	203	205	202	198	196
20	200	198	199	202	201
21	195	200	201	202	203
22	203	198	200	200	197
23	200	199	198	202	203
24	201	203	199	197	197
25	198	201	202	199	202
26	197	203	202	199	203
27	203	199	195	201	201
28	199	202	195	203	198
29	200	203	202	200	200
30	205	202	203	198	198

1.4. Validación del Método de Titulación con EDTA (S. M. - 2340 C) en el laboratorio de control de calidad de agua potable de EMPOOBANDO E.S.P

Calibración							
SP (ppm)	EDTA (mol/L)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	EDTA (mol/L)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃
0	0,010	0,00	0	300	0,010	4,45	297
	0,010	0,00	0		0,010	4,50	300
	0,010	0,00	0		0,010	4,55	303
	0,010	0,00	0		0,010	4,55	303
	0,010	0,00	0		0,010	4,60	307
75	0,010	1,15	77	375	0,010	5,65	377
	0,010	1,10	73		0,010	5,70	380
	0,010	1,10	73		0,010	5,65	377
	0,010	1,05	70		0,010	5,60	374
	0,010	1,25	83		0,010	5,75	384
150	0,010	2,25	150	450	0,010	6,70	447
	0,010	2,30	153		0,010	6,80	454
	0,010	2,35	157		0,010	6,75	450
	0,010	2,25	150		0,010	6,85	457
	0,010	2,30	153		0,010	6,90	460
22	0,010	3,35	223				

5	0,010	3,30	220				
	0,010	3,30	220				
	0,010	3,35	223				
	0,010	3,45	230				
Efecto general de la matriz							
EDTA (mol/L)	SP (ppm)	Efecto 1		Efecto 2		Efecto 3	
		V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	V de EDTA (mL)	ppmr CaC O ₃
0,014	SP75	0,80	74	0,85	79	0,80	74
0,014		0,80	74	0,75	70	0,75	70
0,014		0,75	70	0,80	74	0,80	74
0,014		0,75	70	0,80	74	0,80	74
0,014		0,80	74	0,85	79	0,85	79
0,014	SP150	1,65	153	1,65	153	1,60	148
0,014		1,65	153	1,65	153	1,65	153
0,014		1,65	153	1,60	148	1,60	148
0,014		1,60	148	1,60	148	1,60	148
0,014		1,60	148	1,65	153	1,70	158
0,014	SP225	2,40	223	2,45	227	2,40	223
0,014		2,40	223	2,40	223	2,45	227
0,014		2,40	223	2,45	227	2,40	223
0,014		2,50	232	2,40	223	2,50	232
0,014		2,50	232	2,40	223	2,50	232
0,014	SP300	3,20	297	3,20	297	3,20	297
0,014		3,25	302	3,25	302	3,25	302
0,014		3,25	302	3,30	306	3,25	302
0,014		3,15	292	3,30	306	3,25	302
0,014		3,15	292	3,20	297	3,20	297
0,014	SP375	4,00	371	4,05	376	4,05	376
0,014		4,05	376	4,05	376	4,00	371
0,014		4,05	376	4,00	371	4,00	371
0,014		4,05	376	4,05	376	4,05	376
0,014		4,00	371	4,00	371	4,00	371
0,014	SP450	4,85	450	4,85	450	4,85	450
0,014		4,85	450	4,85	450	4,80	445
0,014		4,80	445	4,90	455	4,90	455
0,014		4,80	445	4,85	450	4,85	450
0,014		4,80	445	4,90	455	4,90	455
Límite de detección							

EDTA (mol/L)	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	EDTA (mol/L)	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	
0,0127	P75- 1	0,90	76	0,0127	P75- 4	0,85	72	
0,0127		0,85	72	0,0127		0,90	76	
0,0127		0,90	76	0,0127		0,80	68	
0,0127		0,85	72	0,0127		0,85	72	
0,0127		0,95	80	0,0127		0,85	72	
0,0127	P75- 2	0,90	76	0,0127	P75- 5	0,95	80	
0,0127		0,85	72	0,0127		1,00	85	
0,0127		0,90	76	0,0127		0,95	80	
0,0127		0,85	72	0,0127		0,90	76	
0,0127		0,85	72	0,0127		0,85	72	
0,0127	P75- 3	0,95	80	0,0127	P75- 6	0,95	80	
0,0127		0,85	72	0,0127		0,90	76	
0,0127		0,95	80	0,0127		0,85	72	
0,0127		0,95	80	0,0127		0,85	72	
0,0127		0,90	76	0,0127		0,85	72	
Exactitud								
Veracidad								
Procedimiento de adición estándar								
SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃
M1A	0,95	68	M1B	0,90	65	M1C	0,90	65
	0,95	68		0,85	61		0,85	61
	1,00	72		0,85	61		0,90	65
	0,90	65		0,90	65		0,90	65
	0,90	65		0,95	68		0,85	61
M1A +10	1,05	76	M1B+10	1,05	76	M1C +10	1,05	76
	1,10	79		1,00	72		1,10	79
	1,10	79		1,05	76		1,10	79
	1,05	76		1,00	72		1,00	72
	1,00	72		1,05	76		1,00	72
M1A +25	1,25	90	M1B+25	1,20	86	M1C +25	1,25	90
	1,30	94		1,20	86		1,20	86
	1,25	90		1,30	94		1,20	86
	1,30	94		1,25	90		1,15	83
	1,25	90		1,25	90		1,25	90
M1A +50	1,65	119	M1B+50	1,55	112	M1C +50	1,55	112
	1,65	119		1,55	112		1,55	112

	1,60	115		1,60	115		1,60	115
	1,60	115		1,60	115		1,60	115
	1,70	122		1,60	115		1,55	112
A	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	B	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	C	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃
M2	1,65	119	M2	1,55	112	M2	1,45	104
	1,55	112		1,55	112		1,50	108
	1,50	108		1,60	115		1,55	112
	1,60	115		1,50	108		1,55	112
	1,55	112		1,50	108		1,50	108
M+10	1,65	119	M+10	1,60	115	M+10	1,65	119
	1,70	122		1,65	119		1,65	119
	1,75	126		1,70	122		1,65	119
	1,75	126		1,65	119		1,70	122
	1,80	130		1,65	119		1,75	126
M+25	1,95	140	M+25	1,90	137	M+25	1,85	133
	1,95	140		1,85	133		1,80	130
	1,90	137		1,90	137		1,90	137
	1,90	137		1,85	133		1,85	133
	1,85	133		1,85	133		1,85	133
M+50	2,30	166	M+50	2,25	162	M+50	2,20	158
	2,25	162		2,20	158		2,20	158
	2,20	158		2,20	158		2,15	155
	2,20	158		2,20	158		2,25	162
	2,20	158		2,25	162		2,25	162
A	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	B	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	C	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃
M3	1,80	130	M3	1,80	130	M3	1,95	140
	1,85	133		1,85	133		1,90	137
	1,85	133		1,85	133		2,00	144
	1,95	140		1,85	133		2,00	144
	1,95	140		1,80	130		1,95	140
M3+10	2,05	148	M3+10	2,10	151	M3+10	2,05	148
	2,05	148		2,05	148		2,10	151
	2,00	144		2,00	144		2,15	155
	2,00	144		2,05	148		2,15	155
	2,15	155		2,05	148		2,10	151
M3+25	2,25	162	M3+25	2,15	155	M3+25	2,30	166
	2,20	158		2,20	158		2,35	169

	2,30	166		2,15	155		2,30	166
	2,30	166		2,10	151		2,30	166
	2,20	158		2,15	155		2,25	162
M3+50	2,50	180	M3+50	2,55	184	M3+50	2,75	198
	2,60	187		2,55	184		2,65	191
	2,55	184		2,60	187		2,60	187
	2,55	184		2,60	187		2,60	187
	2,50	180		2,50	180		2,65	191
A	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	B	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	C	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃
M4	2,50	180	M4	2,45	176	M4	2,50	180
	2,55	184		2,45	176		2,55	184
	2,50	180		2,50	180		2,55	184
	2,45	176		2,40	173		2,50	180
	2,45	176		2,50	180		2,45	176
M4+10	2,65	191	M4+10	2,60	187	M4+10	2,80	202
	2,65	191		2,60	187		2,75	198
	2,50	180		2,55	184		2,70	194
	2,55	184		2,50	180		2,70	194
	2,55	184		2,50	180		2,65	191
M4+25	2,75	198	M4+25	2,75	198	M4+25	2,85	205
	2,85	205		2,75	198		2,90	209
	2,80	202		2,80	202		2,90	209
	2,85	205		2,90	209		2,95	212
	2,80	202		2,90	209		2,90	209
M4+50	3,15	227	M4+50	3,20	230	M4+50	3,30	238
	3,10	223		3,10	223		3,30	238
	3,15	227		3,10	223		3,20	230
	3,15	227		3,15	227		3,25	234
	3,25	234		3,15	227		3,25	234
A	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	B	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	C	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃
M5	2,90	209	M5	2,80	202	M5	2,90	209
	2,90	209		2,80	202		2,80	202
	2,85	205		2,90	209		2,90	209
	2,80	202		2,80	202		2,80	202
	2,80	202		2,85	205		2,90	209
M5+10	3,00	216	M5+10	2,95	212	M5+10	3,00	216
	3,00	216		2,95	212		3,00	216

	2,95	212		3,00	216		3,00	216
	2,95	212		2,95	212		3,05	220
	3,00	216		3,00	216		3,10	223
M5+ 25	3,25	234	M5+25	3,20	230	M5+2 5	3,25	234
	3,25	234		3,20	230		3,20	230
	3,25	234		3,25	234		3,15	227
	3,30	238		3,25	234		3,25	234
	3,30	238		3,30	238		3,25	234
M5+ 50	3,55	256	M5+50	3,55	256	M5+5 0	3,55	256
	3,50	252		3,50	252		3,45	248
	3,55	256		3,55	256		3,50	252
	3,55	256		3,50	252		3,60	259
	3,65	263		3,50	252		3,60	259
Precisión								
Repetibilidad								
Repetibilidad Instrumental								
SP (ppm)	V de EDTA (mL)		ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	V de EDTA (mL)		ppmr CaCO ₃	
SP300 - 1	4,50		300	SP300 - 4	4,55		303	
	4,50		300		4,55		303	
	4,55		303		4,50		300	
	4,55		303		4,45		297	
	4,45		297		4,50		300	
SP300 - 2	4,55		303	SP300 - 5	4,45		297	
	4,60		307		4,45		297	
	4,55		303		4,45		297	
	4,45		297		4,50		300	
	4,45		297		4,55		303	
SP300 - 3	4,45		297	SP300 - 6	4,45		297	
	4,50		300		4,55		303	
	4,45		297		4,45		297	
	4,55		303		4,50		300	
	4,60		307		4,45		297	
Repetibilidad del método								
SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃
SP85 - 1	1,25	85	SP85 - 2	1,35	92	SP85 - 3	1,20	82
SP85 - 1	1,25	85	SP85 - 2	1,30	88	SP85 - 3	1,20	82
SP85 - 1	1,20	82	SP85 - 2	1,25	85	SP85 - 3	1,25	85
SP85 - 1	1,20	82	SP85 - 2	1,30	88	SP85 - 3	1,35	92

SP85 - 1	1,25	85	SP85 - 2	1,25	85	SP85 - 3	1,20	82			
SP161 - 1	2,40	163	SP161 - 2	2,40	163	SP161 - 3	2,30	156			
SP161 - 1	2,45	167	SP161 - 2	2,35	160	SP161 - 3	2,35	160			
SP161 - 1	2,35	160	SP161 - 2	2,40	163	SP161 - 3	2,40	163			
SP161 - 1	2,35	160	SP161 - 2	2,35	160	SP161 - 3	2,40	163			
SP161 - 1	2,45	167	SP161 - 2	2,40	163	SP161 - 3	2,25	153			
SP192 - 1	2,90	197	SP192 - 2	2,85	194	SP192 - 3	2,80	190			
SP192 - 1	2,85	194	SP192 - 2	2,75	187	SP192 - 3	2,80	190			
SP192 - 1	2,85	194	SP192 - 2	2,75	187	SP192 - 3	2,85	194			
SP192 - 1	2,85	194	SP192 - 2	2,85	194	SP192 - 3	2,75	187			
SP192 - 1	2,80	190	SP192 - 2	2,80	190	SP192 - 3	2,75	187			
Precisión Intermedia											
Analista 1											
Dia1						Dia2					
Bureta1			Bureta2			Bureta1			Bureta2		
SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃	SP (ppm)	V de EDTA (mL)	ppmr CaCO ₃
Rep 1	1,50	119	Rep 1	1,50	119	Rep 1	1,45	115	Rep 1	1,50	119
	1,50	119		1,50	119		1,45	115		1,40	111
	1,45	115		1,45	115		1,45	115		1,40	111
	1,45	115		1,45	115		1,50	119		1,50	119
	1,55	123		1,55	123		1,50	119		1,50	119
Rep 2	1,50	119	Rep 2	1,45	115	Rep 2	1,40	111	Rep 2	1,40	111
	1,55	123		1,50	119		1,45	115		1,45	115
	1,50	119		1,45	115		1,50	119		1,50	119
	1,50	119		1,50	119		1,45	115		1,45	115
	1,45	115		1,45	115		1,45	115		1,45	115
Rep 3	1,45	115	Rep 3	1,50	119	Rep 3	1,55	123	Rep 3	1,50	119
	1,45	115		1,55	123		1,50	119		1,40	111
	1,40	111		1,55	123		1,50	119		1,40	111
	1,50	119		1,45	115		1,50	119		1,45	115
	1,50	119		1,50	119		1,40	111		1,40	111
Analista 2											
Dia1						Dia2					
Bureta1			Bureta2			Bureta1			Bureta2		
	V	CaCO ₃		V	CaCO ₃		V	CaCO ₃		V	CaCO ₃
Rep 1	1,50	116	Rep 1	1,45	112	Rep 1	1,40	108	Rep 1	1,55	119
	1,50	116		1,45	112		1,50	116		1,55	119

	1,50	116		1,50	116		1,50	116		1,50	116
	1,55	119		1,50	116		1,50	116		1,50	116
	1,65	127		1,55	119		1,55	119		1,50	116
Rep 2	1,55	119	Rep 2	1,55	119	Rep 2	1,55	119	Rep 2	1,60	123
	1,60	123		1,55	119		1,55	119		1,65	127
	1,55	119		1,50	116		1,50	116		1,65	127
	1,50	116		1,50	116		1,50	116		1,50	116
	1,60	123		1,50	116		1,45	112		1,50	116
Rep 3	1,55	119	Rep 3	1,50	116	Rep 3	1,50	116	Rep 3	1,55	119
	1,55	119		1,55	119		1,50	116		1,55	119
	1,60	123		1,55	119		1,55	119		1,55	119
	1,60	123		1,50	116		1,60	123		1,50	116
	1,60	123		1,50	116		1,50	116		1,50	116
Control de Calidad											
CCI	ppm de CaCO ₃					CCI	ppm de CaCO ₄				
1	300	299	300	297	302	16	298	301	303	298	300
2	299	300	298	300	303	17	299	301	302	301	299
3	300	300	301	299	299	18	301	297	302	300	297
4	299	299	303	300	299	19	299	300	299	301	303
5	300	302	300	303	299	20	300	297	299	303	301
6	301	300	298	298	300	21	300	301	298	299	297
7	301	298	303	303	299	22	299	297	305	299	299
8	299	301	301	300	297	23	301	300	299	302	301
9	297	300	300	299	303	24	300	300	299	298	299
10	300	302	300	301	299	25	301	301	300	299	299
11	300	300	302	298	298	26	301	298	299	299	300
12	298	297	297	300	303	27	303	302	299	300	297
13	299	301	299	300	300	28	303	298	300	299	300
14	299	301	299	300	297	29	297	298	301	300	302
15	300	299	298	299	303	30	300	299	300	301	297

ANEXO E.

PROTOCOLO DE MEDICIÓN DE TURBIDEZ EN MUESTRAS DE AGUA POTABLE EN LCCAPE

1. TURBIDEZ

Según la NTC – 4707, La turbidez es la expresión de la propiedad óptica de la muestra que causa que los rayos de luz sean dispersados y absorbidos en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de la muestra.

2. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este protocolo describe cómo medir la turbidez de muestras de agua potable en el LCCAPE.

3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

Este método se basa en una comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra en condiciones definidas con la intensidad de la luz dispersada por una suspensión estándar de referencia en las mismas condiciones. Cuanto mayor sea la intensidad de la luz dispersada, mayor es la turbidez. Este método es aplicable para medir la turbidez en agua. Las lecturas son realizadas empleando un turbidímetro calibrado con una suspensión de referencia de formacina preparada bajo condiciones específicas. El polímero de formacina ha sido elegido como referencia debido a que, es fácil de preparar y en cuanto a sus propiedades de dispersión de luz es más reproducible que otros como arcilla o agua turbia natural. Se usa una suspensión estándar de turbidez que corresponde a 4000 UNT (unidades nefelométricas de turbidez). La turbidez se define por la siguiente expresión matemática:

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. TURBIDEZ	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

$$\text{Turbidez (UNT)} = (A \times V) / T$$

Donde A son las UNT de la muestra diluida, V es el volumen del matraz de dilución, T es el volumen de muestra tomado para diluir.

4. EQUIPO Y MATERIALES

TURBIDÍMETRO HACH 2100 Q

Especificaciones	Detalles
Método de medición	Determinación turbidimétrica en ratio entre una señal primaria nefelométrica de luz dispersa (90°) y la señal de luz dispersa transmitida
Normativa	2100Q cumple con el método EPA 180.1 2100Qís cumple con ISO 7027
Fuente de luz	2100Q lámpara de filamento de tungsteno 2100Qís diodo emisor de luz (LED) a 860 nm
Rango	0-1000 NTU (FNU)
Exactitud	± 2% de la lectura más la luz difusa en el intervalo 0- 1000 NTU (FNU)
Repetibilidad	± 1% de la lectura o 0,01NTU, el que sea mayor
Resolución	0,01 NTU en el intervalo mas bajo
Luz difusa	≤ 0,02 NTU (FNU)
Promedios de valores	Selección en método apagado o encendido
Detector	Fotodiodo de silicona
Requisitos de energía	CA 100-240 V, 50/60 Hz (con modulo USB/ de alimentación) 4 baterías alcalinas Baterías recargables NiMH (para modulo USB/de alimentación)
Dimensiones	22,9 x 10,7 x 7,7 cm (9,0 x 4,2 x 3,0 pulg)
Peso	530 g (1,17 lb) sin baterías 620 g (1,37 lb) con cuatro baterías alcalinas AA
Protección carcasa medidor	IP67 (tapa cerrada, baterías y compartimiento del módulo excluidos)
Clase de protección	Alimentación: Clase II
Certificación	Certificación CE
Garantía	1 año (EU: 2 años)

Condiciones de operación: El nefelómetro debe estar dispuesto 860 nm en la sección de análisis de turbidez del LCCAPE. Temperatura 0 a 50 °C (32 a 122 °F). Humedad relativa 0-90% a 30 °C, 0-80% a 40 °C, 0-70% a 50 °C sin condensación.

Condiciones de almacenamiento: -40 a 60 °C (-40 a 140 °F) solo el instrumento

Muestra requerida: 15 mL (0,5 oz)

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. TURBIDEZ	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

Cubetas de muestras: Cubetas redondas de 60 x 25 mm (2,36 x 1 pulg) vidrio de borosilicato con capuchón roscado

5. REACTIVOS Y PATRONES

Agua libre de turbidez: Agua tipo I pasada por filtro de 0,2 µm.

Suspensión estándar Stock Patrón Primario de Formacina

Solución I: Disolver 1,000 g de sulfato de hidracina, (NH₂)₂.H₂SO₄, en agua libre de turbidez y diluir a 100 mL en un recipiente volumétrico.

Solución II: Disolver 10,00 g de hexametilentetramina, (CH₂)₆N₄, en agua libre de turbidez y diluir a 100 mL en un recipiente volumétrico.

Solución 4000 UNT: En un balón aforado de 100 mL mezclar 50 mL de solución I y 50 mL de solución II. Dejar reposar por 24 horas a 25 ±3 °C. Esto resulta en una suspensión de 4000 UNT. Se debe transferir a un frasco de ambar u otro recipiente que bloquee la luz ultravioleta para su almacenamiento. De esta suspensión se deben hacer las disoluciones requeridas. Esta suspensión stock es estable aproximadamente un año si se le dan las condiciones de almacenamiento adecuados.

Suspensiones diluidas de turbidez: Diluir a partir de la suspensión 4000 UNT estándar primario con agua libre de turbidez de alta calidad (<0.02UNT). Preparar antes de usar y descartar después de usar.

6. RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

La determinación de la turbidez se debe hacer tan rápido como sea posible después de que se hace el muestreo. Se debe agitar suavemente todas las muestras antes de la examinación para asegurar una medición representativa. Preservar la muestra no es adecuado y solo se debe analizar la muestra prontamente. La muestra se debe refrigerar o mantener a 4° C para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos, si es que el almacenamiento llega a ser requerido. Para obtener los mejores resultados, se debe hacer la medición de la turbidez inmediatamente sin alterar las condiciones originales de la muestra como la temperatura o el pH.

7. CONTROL DE CALIDAD

Para evaluar la calidad del método analítico se prepara un patrón de Control de Calidad Interno de 2,00 UNT y se mide su turbidez con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realiza cada semana y debe introducirse al azar entre las muestras de ensayo que tenga LCCAPE.

8. CALIBRACIÓN

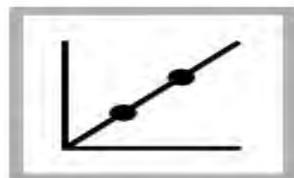
	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. TURBIDEZ	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

Opciones de calibración:

- RapidCal™ de un solo para informes relulatorios de bajo nivel de 0-40 NTU (FNU)
- Calibración total 0-1000 NTU (FNU)
- Calibración a grados de turbidez

Calibre el turbidímetro según los estándares StablCal®

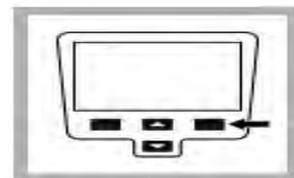
Para una mayor precisión, utilice la misma cubeta de muestra o cuatro cubetas de muestras emparejadas para todas las lecturas durante la calibración. Inserte la cubeta de muestra en su compartimento de manera que la marca de orientación o el diamante coincida con la marca de orientación en relieve en la parte frontal del compartimento de la cubeta.



1. Pulse la tecla **CALIBRACIÓN** para entrar al modo de Calibración. Siga las instrucciones en la pantalla.
Nota: Invierta suavemente cada estándar antes de insertarlo.



2. Inserte el Estándar StablCal para 20 NTU y coloque la tapa.
Nota: El estándar a ser insertado aparece en el display en un recuadro.



3. Pulse **Medición**. La pantalla muestra Estabilizando y luego muestra el resultado.

9. PROCEDIMIENTO

Se agita suavemente la muestra antes de la examinación para asegurar una medición representativa.

- Se miden 15 mL de muestra de agua potable
- Se disponen en una cubeta de muestra y se tapa la cubeta.
- La cubeta se coloca en el turbidímetro HACH 2100q
- Se pulsa el botón ENCENDIDO para encender el medidor. Se introduce la cubeta suavemente y se coloca la tapa.
- Se pulsa Medición. La pantalla muestra “Estabilizando” y luego la turbidez en NTU.
- Se registra el valor en UNT
- Se desecha la cantidad de muestra utilizada.

El anterior procedimiento debe realizarse cinco veces y por cada alícuota deben obtenerse 3 lecturas nefelométricas.

10. CÁLCULOS

La expresión para calcular la turbidez de una muestra a partir del método nefelométrico en LCCAPE es la siguiente:

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. TURBIDEZ	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

$$T_{muestra} = \frac{T_{exp} - 0,0016792\text{UNT}}{1,004727}$$

Donde T_{exp} es el promedio de los valores de turbidez obtenidos y $T_{muestra}$ es la turbidez de la muestra de agua potable. La incertidumbre asociada a la medición de turbidez se determina con los valores obtenidos en la validación.

Componentes de U_T	Incertidumbre combinada	Incertidumbre total
Precisión: 0,12 UNT	0,23 UNT	0,46 UNT
Veracidad: 0,016 UNT		
Incertidumbre de sesgo: 0,198 UNT		

La incertidumbre total asociada al valor de turbidez medido por el método nefelométrico en muestras de agua potable en LCCAPE es de 0,46UNT.

11. INTERFERENCIAS

La turbidez puede ser determinada para algunas muestras de agua que están libres de impurezas, escombros, ruinas, y rápidamente formen un burdo sedimento. Material de vidriería sucio y la presencia de burbujas de aire pueden dar falsos resultados. El color verdadero o el color del agua (debido a la disolución de sustancias que absorben luz) causan que la medición de la turbidez sea baja. Pero este efecto no es demasiado significativo para agua tratada.

12 BIBLIOGRAFÍA

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Calidad del agua. Determinación de la turbiedad. Método nefelométrico. N° 4707. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, L.S. Standard Methods for Examination of Water & Wastewater. APHA, AWWA, WEF. 22° Edition. (2012)

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. TURBIDEZ	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

1. CLORO RESIDUAL

Según la resolución 2115 del 2007, se define cloro residual libre como “aquella porción que queda en el agua después de un período de contacto definido, que reacciona química y biológicamente como ácido hipocloroso o como ión hipoclorito”.

2. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este protocolo describe cómo medir el cloro residual en muestras de agua potable en el LCCAPE en mg/L de Cl₂

3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

En ausencia de iones yoduro, la DFD es oxidada por cloro, ácido hipocloroso e iones hipoclorito, para dar un producto de reacción violeta rojizo con estructura semiquinoides. Este producto es una especie cromófora de la región visible del espectro electromagnético a 550nm. La intensidad de la coloración es directamente proporcional a la cantidad de cloro residual existente en la muestra. De esta manera se puede determinar el cloro residual libre del agua analizada por fotometría visible.

Fotometría Visible: La fotometría visible se basa en la medida de la transmitancia T o de la absorbancia A de disoluciones que se encuentran en cubetas transparentes que tienen un camino óptico de b cm. Normalmente la concentración C de un analito absorbente, está relacionada linealmente con la absorbancia como respuesta a la ecuación:

4. EQUIPO Y MATERIALES

Fotómetro Spectroquant Nova 60

Modelo	NOVA 60
Fuente de luz	Lámpara halógena de tungsteno, preajuste, sin calentamiento
Sistema óptico	Haz único con 12 filtros en matriz
Longitudes de onda (nm)	340; 410; 445; 500; 525; 550; 565; 605; 620; 665; 690; 820
Exactitud de longitud de onda (nm)	±2
Rango fotométrico	De -0,300 a 3,200 A

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. CLORO RESIDUAL	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

Modos de medición	Absorbancia, concentración y transmisión
Pantalla	128x64 píxeles
Electricidad requerida	100 - 240 V; 50 - 60 Hz
Peso (kg)	2,8, incluida batería

Condiciones de operación: El fotómetro de operar a 550 nm en la sección de análisis de cloro residual de LCCAPE.

Condiciones de almacenamiento: -40 a 60 °C (-40 a 140 °F) solo el instrumento

Muestra requerida: 15 mL (0,5 oz)

Cubetas de muestras: Cubeta 16 mm y cubetas de 10, 20 y 50 mm

5. REACTIVOS Y PATRONES

Agua libre de cloro residual: Se preparó todos los valorantes y soluciones estandarizadas para el proceso de validación con agua destilada o desionizada llevada a ebullición por quince minutos y enfriada a temperatura ambiente.

Se necesita preparar soluciones de concentración conocida de hipoclorito de calcio. Según el Manual de métodos normalizados para análisis de aguas, dichas soluciones se deben valorar con una solución valorada de tiosulfato de sodio que ha sido estandarizado con una solución estándar de dicromato de potasio (0,025N)

Solución estándar de dicromato de potasio (0,025N): Se pesó 0,307 g de $K_2Cr_2O_7 \cdot 5H_2O$ y diluyó a 250 mL con agua libre de cloro residual.

Solución estándar secundario de tiosulfato de sodio (0,01N): Se disolvió 0,620 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ y diluyó a 250 mL con agua libre de cloro residual. Se estandarizó esta solución con la solución (0,025N) de dicromato de potasio.

Solución stock de Hipoclorito de sodio (100 ppm): Medir 0,100 g de hipoclorito de sodio y agregarlos a un balón aforado de 1L. Agregar 50 mL de agua libre de cloro residual y disolver. Aforar con agua libre de cloro residual.

Solución estándar de Hipoclorito de sodio (10 ppm): Medir 50mL de solución patrón de Hipoclorito de sodio (100 ppm) y agregarlos a un balón aforado de 500mL. Aforar con agua libre de cloro residual. Se estandariza con tiosulfato de sodio (0,01N).

6. RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. CLORO RESIDUAL	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

El cloro en solución acuosa no es estable y los contenidos de cloro en muestras o soluciones. Particularmente, en soluciones de baja concentración decrece rápido. La exposición a la luz solar u otro tipo de luz y la agitación pueden producir una disminución en el cloro residual.

Por tanto, la recolección de muestra se realiza en el punto de muestreo dentro de la empresa. Se recolecta el agua potable en envases de plástico de 1L. El análisis de estas muestras se realiza inmediatamente después del muestreo.

7. CONTROL DE CALIDAD

Para evaluar la calidad del método analítico se prepara un patrón llamado Control de Calidad Interno de 2,00 ppm de Cl_2 y se mide su concentración con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realiza cada semana y debe introducirse al azar entre las muestras de ensayo que tenga LCCAPE.

8. CALIBRACIÓN

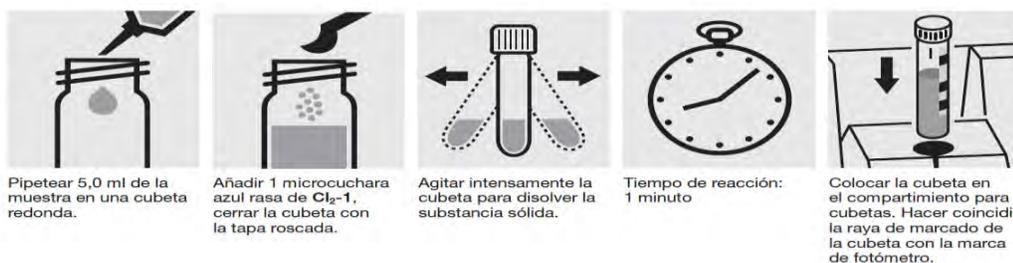
Todos los equipos de LCCAPE deben estar calibrados.

Se establece un registro de las calibraciones con las fechas de vencimiento de la calibración, RT - 03/LCCAPE. El director de control de calidad debe revisar dicho registro y realizar las acciones necesarias para la calibración del equipo.

9. PROCEDIMIENTO

- Se miden 10 mL de muestra y se disponen en un tubo de ensayo.
- Se añaden 85 mg de sulfato de N,N -dipropil-p-fenilendiamina
- Se agita durante un minuto.
- Se trasvasa a una celda de 1 cm del fotómetro Spectroquant NOVA 60. Se mide la absorbancia de la solución a 550 nm.

El anterior procedimiento se debe realizar con dos alícuotas y por cada alícuota obtener tres lecturas.



10. CÁLCULOS

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. CLORO RESIDUAL	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

La expresión para calcular cloro residual en una muestra es la siguiente:

$$ppm \text{ de } Cl_2, \text{ muestra} = \frac{A - 000396a}{0,29384 \text{ L mg}^{-1}a} \quad \text{Ec. 43}$$

Donde A es la absorbancia promedio de las dos determinaciones realizadas sobre la muestra. Los ppm de Cl_2 se expresan en mg/L con dos cifras decimales. La incertidumbre asociada a la medición de cloro residual se determina con los valores obtenidos en la validación.

Componentes de U_T	Incertidumbre combinada	Incertidumbre total
Precisión 0,048 ppm de Cl_2	0,06 ppm de Cl_2	0,12 ppm de Cl_2
Veracidad: 0,003 ppm de Cl_2		
Incertidumbre de sesgo: 0,403 ppm de Cl_2		

La incertidumbre total asociada al valor de cloro residual medido por el método fotométrico en muestras de agua potable en LCCAPE es de 0,12 ppm de Cl_2 .

11. INTERFERENCIAS

Las principales interferencias que pueden aparecer con esta técnica se deben a la presencia de manganeso oxidado, cobre (controlado por el EDTA hasta una concentración de 10 mg/L), halógenos libres (que pueden reaccionar con el DPD) y, como todas las pruebas basadas en cambios de coloración, la presencia de color, turbidez y elevadas concentraciones de materia orgánica en el agua problema.

12. BIBLIOGRAFÍA

RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, L.S. Standard Methods for Examination of Water & Wastewater. APHA, AWWA, WEF. 22^o Edition. (2012)

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. COLORO RESIDUAL	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

1. ALCALINIDAD

La alcalinidad de un agua es la capacidad de neutralizar un ácido, o sea es la suma de todas las bases titulables. El valor de la medición puede variar significativamente con el punto final de pH elegido. La alcalinidad es la medida de una propiedad conjugada del agua y puede ser interpretada en términos de sustancias específicas únicamente cuando la composición química de la muestra es conocida.

2. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este protocolo describe cómo medir la alcalinidad total en muestras de agua potable de LCCAPE.

3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

Los iones hidroxilo presentes en una muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de solutos reaccionan con adiciones de ácido estandarizado. La alcalinidad, por tanto, depende del punto final de pH utilizado para su determinación. Para métodos de determinación de puntos de inflexión desde curvas de titulación y la razón de titulación en puntos de pH fijados.

4. EQUIPO Y MATERIALES

- **Titulador electrométrico:** Usar cualquier pHmetro comercial que opere electrónicamente y use un electrodo de vidrio y puede leer 0.05 unidades de pH. Estandarizar y calibrar de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Prestar atención especial a la compensación de la temperatura y cuidado del electrodo. Si no hay compensación de la temperatura automáticamente, se debe titular cuando la temperatura es 25 ± 5 °C.
- **Vaso de titulación:** Puede usarse un vaso de precipitados de Berzelius para acomodar más fácilmente los electrodos. Sin embargo, en este procedimiento el LCCAPE, implementará el uso de indicadores de color, por tanto el vaso de titulación son erlenmeyers de 250 o 125 mL.
- Agitador magnético
- Pipetas volumétricas
- Frascos volumétricos 1000, 200 y 100 mL

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. ALCALINIDAD	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

- Buretas de vidrio borosilicato, 50, 25 o 100 mL
- Botella de poliolefina.

5. REACTIVOS Y PATRONES

Agua libre de cloro residual: Se preparó todos los valorantes y soluciones estandarizadas para el proceso de validación con agua destilada o desionizada llevada a ebullición por quince minutos y enfriada a temperatura ambiente.

Se necesita preparar soluciones de concentración conocida de hipoclorito de calcio. Según el Manual de métodos normalizados para análisis de aguas, dichas soluciones se deben valorar con una solución valorada de tiosulfato de sodio que ha sido estandarizado con una solución estándar de dicromato de potasio (0,025N)

Solución estándar de dicromato de potasio (0,025N): Se pesó 0,307 g de $K_2Cr_2O_7 \cdot 5H_2O$ y diluyó a 250 mL con agua libre de cloro residual.

Solución estándar secundario de tiosulfato de sodio (0,01N): Se disolvió 0,620 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ y diluyó a 250 mL con agua libre de cloro residual. Se estandarizó esta solución con la solución (0,025N) de dicromato de potasio.

Solución stock de Hipoclorito de sodio (100 ppm): Medir 0,100 g de hipoclorito de sodio y agregarlos a un balón aforado de 1L. Agregar 50 mL de agua libre de cloro residual y disolver. Aforar con agua libre de cloro residual.

Solución estándar de Hipoclorito de sodio (10 ppm): Medir 50mL de solución patrón de Hipoclorito de sodio (100 ppm) y agregarlos a un balón aforado de 500mL. Aforar con agua libre de cloro residual. Se estandariza con tiosulfato de sodio (0,01N).

6. RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Las muestras deben colectarse en polietileno o frascos de borosilicato y almacenarse a baja temperatura. Llenar las botellas completamente y tapar herméticamente. Debido a que las muestras de agua residual pueden estar sujetas a acción microbiana y perder o ganar CO_2 u otros gases cuando se exponen al aire, analizar muestras inmediatamente o sin mucho retraso (máximo un día). Si se sospecha la actividad biológica se debe analizar antes de seis horas. Evitar la agitación de la muestra y la exposición prolongada al aire.

7. CONTROL DE CALIDAD

Para evaluar la calidad del método analítico se prepara un patrón llamado Control de Calidad Interno de 200 ppm de $CaCO_3$ y se mide su concentración con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realiza cada semana y debe introducirse al azar entre las muestras de ensayo que tenga LCCAPE.

8. CALIBRACIÓN

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. ALCALINIDAD	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

Todos los equipos de LCCAPE deben estar calibrados. Se establece un registro de las calibraciones con las fechas de vencimiento de la calibración, RT - 03/LCCAPE. El director de control de calidad debe revisar dicho registro y realizar las acciones necesarias para la calibración del equipo.

9. PROCEDIMIENTO

Para este procedimiento, las muestras se llevaron a 25° C. Se agregó una gota de tiosulfato de sodio (0,1M) a las muestras que contenían cloro residual.

- Se miden 15 mL de muestra dentro de un erlenmeyer de 125 mL.
- Se añade 5 gotas (0,2 mL) de solución de verde de bromocresol-rojo de metilo
- Se titula con ácido clorhídrico estándar (0,02N) hasta que existan las características de haber llegado al punto final.

El anterior procedimiento debe realizarse cinco veces.

10. CÁLCULOS

La relación matemática que describe la función del proceso de medición es:

$$\text{Alcalinidad, mg de CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times N \times 50000}{V_{\text{muestra}}}$$

Donde A son los mL de ácido usados en la titulación y N es la normalidad del ácido. La constante 50000 es el factor estequiométrico para expresar la alcalinidad en ppm de carbonato de calcio. De esta manera se calcula la alcalinidad total de una muestra.

En base a lo expuesto por Maroto se puede establecer los componentes de la incertidumbre a partir de la verificación de la trazabilidad realizada en la validación del método analítico.

En estos términos, la incertidumbre de la medición asociada al resultado del método de titulación con HCl depende del término de precisión global, la desviación estándar del sesgo proporcional y el sesgo proporcional.

Componente	ppm de CaCO ₃
Precisión Intermedia	2,23
Veracidad	0,45
Incertidumbre del Sesgo	3,16
Incertidumbre combinada	3,89
Incertidumbre expandida	7,79

La incertidumbre combinada del método de titulación con HCl para determinar alcalinidad en muestras de agua potable en LCCAPE es de 4 ppm de CaCO₃.

11. INTERFERENCIAS

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. ALCALINIDAD	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

Jabones, material aceitoso, solidos suspendidos o precipitados pueden hacer capas sobre el electrodo de vidrio y causar respuestas lentas. No filtrar, no diluir, no concentrar o alterar la muestra.

12 BIBLIOGRAFÍA

RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, L.S. Standard Methods for Examination of Water& Wastewater. APHA, AWWA, WEF. 22º Edition. (2012)

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS ICONTEC. Calidad del agua. Determinación de la acidez y determinación de la alcalinidad. N° 4803. Bogotá, D.C., ICONTEC. 1999.

1. DUREZA TOTAL

La dureza se expresa según la concentración de carbonato de calcio que es equivalente a la concentración total de todos los cationes multivalentes de la muestra. Según la NTC-4706 , debido a que la concentración de iones calcio y magnesio en aguas naturales excede con mucho la de cualquier otro ion metálico, la dureza total se expresa como la suma de las concentraciones de calcio y magnesio, expresadas como ppm de carbonato de calcio (mg de CaCO₃/L) .

2. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Este protocolo describe cómo medir la dureza total en muestras de agua potable de LCCAPE.

3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método seleccionado por el LCCAPE para la determinación de dureza es el método volumétrico de Valoración con EDTA (S. M.- 2340 C).

El ácido etilendiaminotetraacético (abreviado EDTA) y sus sales de sodio forman complejos solubles quelatados cuando se añaden a una solución de ciertos cationes metálicos en proporción de equivalentes 1:1. Al agregar una pequeña cantidad de un colorante tal como Eriocromo Negro T a una solución de pH= 10,0±0,1 que contenga iones de calcio y de magnesio, la solución cambia de color a vino tinto; Si se añade EDTA como un reactivo de valoración, se pueden acomplejar el calcio y el magnesio. Cuando todo el magnesio y el calcio se ha acomplejado la solución cambia del color vino tinto a azul, que marca el punto final de la valoración.

4. EQUIPO Y MATERIALES

- Vaso de titulación: Puede usarse un vaso de precipitados de Berzelius para acomodar mas fácilmente los electrodos. Sin embargo, en este procedimiento el LCCAPE, implementará el uso de indicadores de color, por tanto el vaso de titulación son erlenmeyers de 250 o 125 mL.
- Agitador magnético
- Pipetas volumétricas tipo A
- Frascos volumétricos tipo A1000, 200 y 100 mL

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. DUREZA	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

- Buretas de vidrio borosilicato tipo A, 50, 25 o 100 mL
- Botella de poliolefina.

5. REACTIVOS Y PATRONES

Solución patrón de Carbonato de Calcio (1000 ppm) (mg de CaCO₃/L): Se pesó 1 g de Carbonato de Calcio (CaCO₃) estándar primario en una caja de Petri grande. Se calentó a 120° C por 2 h y enfrió en un desecador. Se pesó por diferencia 1,00 g de carbonato de calcio y se dispusieron en un erlenmeyer de 250 mL. Se adicionó ácido clorhídrico (1:1) hasta disolver el carbonato de calcio. Se adicionó 100 mL de agua destilada y se hirvió la solución durante tres minutos para eliminar dióxido de carbono. Se selló con papel aluminio la boca del erlenmeyer y se enfrió a temperatura ambiente. Se adicionó 5 gotas de indicador rojo de metilo. Se ajustó el pH de la solución hasta que el color naranja a través de goteo de hidróxido de sodio (30%). Se transfirió la solución a un balón aforado de 1L y se aforó con agua destilada.

Solución estándar titulante de ácido etilendiaminotetracético (AEDT) (0,01M): Se pesó 3,720 ± 0.005 g de sal disódica de ácido etilendiaminotetracético grado analítico y se disolvió en agua destilada. Se aforó a 1L. Se estandarizó contra carbonato de calcio.

Negro de Eriocromo T: Se pesó 0,5 g de sal sódica de Negro de Eriocromo T y se disuelve en 100 g de etanol.

Buffer pH=10: Se usó para este procedimiento una solución buffer comercial marca Mollabs Azul 500 mL.

6. RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

La recolección de muestra se realiza en el punto de muestreo en la red de distribución. Se recolecta el agua potable en envases de plástico de 1L. La muestra se refrigera y mantiene a 4° C para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos. Rápidamente se traslada al LCCAPE para los análisis de validación.

7. CONTROL DE CALIDAD

Para evaluar la calidad del método analítico se prepara un patrón llamado Control de Calidad Interno de 300 ppm de CaCO₃ y se mide su concentración con las especificaciones obtenidas a partir de la validación. El procedimiento se realiza cada semana y debe introducirse al azar entre las muestras de ensayo que tenga LCCAPE.

8. CALIBRACIÓN

Todos los equipos de LCCAPE deben estar calibrados. Se establece un registro de las calibraciones con las fechas de vencimiento de la calibración, RT - 03/LCCAPE. El director de control de calidad debe revisar dicho registro y realizar las acciones necesarias para la calibración del equipo.

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. DUREZA	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

9. PROCEDIMIENTO

Para este procedimiento, las muestras se llevaron a 25° C. Se agregó una gota de tiosulfato de sodio (0,1M) a las muestras que contenían cloro residual.

- Se miden 15 mL de muestra dentro de un erlenmeyer de 125 mL.
- Se añade 5 gotas (0,2 mL) de solución de verde de bromocresol-rojo de metilo
- Se titula con ácido clorhídrico estándar (0,02N) hasta que existan las características de haber llegado al punto final.

El anterior procedimiento debe realizarse cinco veces.

10. CÁLCULOS

El método de titulación con EDTA (Standard Methods - 2340 B.) para la determinación de dureza total en muestras de agua potable ofrece la siguiente expresión:

$$Dureza (EDTA), \quad mg \text{ de } CaCO_3/L = \frac{A \times B \times 100087}{mL \text{ de muestra}}$$

Ec. 44

La incertidumbre asociada a la medición de dureza se determina con los valores obtenidos en la validación.

Componentes	ppm de CaCO ₃
Precisión	2,50
Veracidad	0,22
Incertidumbre del sesgo	2,30
Incertidumbre combinada	3,40
Incertidumbre total	6,80

La incertidumbre combinada del método de titulación con EDTA para determinar dureza en muestras de agua potable en LCCAPE es de 4 ppm de CaCO₃.

11. INTERFERENCIAS

Algunos complejos de metales pesados y de transición prevén un cambio de color al final de la titulación. Hierro no interfiere por encima de 15 mg/L. Cercano a estos valores causa un cambio de rojo-naranja a verde, al final de la titulación e indicando hasta 30 mg/L de hierro. Manganeso tratado directamente por encima de 20 mg/L puede enmascarar el punto final de la titulación.

12 BIBLIOGRAFÍA

RICE, E.W., BAIRD, R.B., EATON, A.D., CLESCERI, L.S. Standard Methods for Examination of Water & Wastewater. APHA, AWWA, WEF. 22° Edition. (2012)

	PROTOCOLOS EXPERIMENTALES DE MEDICIÓN Laboratorio de Control de Calidad de Agua Potable EMPOOBANDO E.S.P. DUREZA	Identificación:
		Revisión: 0
		Inicio de vigencia: 2014-02-10

ANEXO F

COPIA DE CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA Y MICROBIOLÓGICA DE LAS AGUAS CRUDAS DEL RÍO BLANCO – Documento Interno de EMPOOBANDO E.S.P.

Cuadro 1. Caracterización Físicoquímica y Microbiológica de las Aguas Crudas Río Blanco

ANÁLISIS DE CALIDAD DE AGUA CRUDA - ACUEDUCTO CASCO URBANO DEL MUNICIPIO DE IPIALES						
ANÁLISIS DE LA MUESTRA		LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICO Y AGUAS - UNIVERSIDAD DE NARIÑO				
Nombre Empresa de Servicio Acueducto:		Empresa de Obras Sanitarias de la Provincia de Obando "EMPOOBANDO E.S.P"				
Fecha toma de muestra:	04 de Junio de 2013	Lugar específico de toma:		Bocatoma		
		Nombre de la fuente:		Río Blanco		
Fecha reporte resultado:	24 de Junio de 2013	Origen:		Superficial		
Motivo:		RENOVACIÓN DE CONCESIÓN DE AGUAS				
Localidad:	Municipio de Ipiales	No de expediente-código:		LAQ-361-14		
Acueducto:		Casco urbano				
ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA Y MICROBIOLÓGICA DE LAS AGUAS CRUDAS RIO BLANCO						
PARÁMETRO	UNIDADES	RESULTADOS	VALOR ADMISIBLES 2000 - TITULO C. LITERAL C.2.3 TABLA C.2.1		VALORES MÁXIMOS Y MÍNIMOS ACEPTABLES SEGÚN DECRETO 1594 DE 1984 - Artículos 38 y 39	
			Nivel de Calidad de Acuerdo al Grado de Polución		Agua que Requiere Tratamiento Convencional	Agua que Requiere solo Desinfección
			Valor	Calificación		
Color Aparente	UPC	29,2				
Turbiedad	UNT	6	2 - 40, Regular			10
PH	Unidades de PH	6,87	6,0 - 8,50 - Aceptable		5 - 9	
Conductividad	µs/mL	228				
Sólidos Sedimentables	mg/L	ND				
Alcalinidad Total	mg de CaCO3/L	46,8				
Dureza Total	mg de CaCO3/L	78				
Dureza Magnesio	mg de CaCO3/L	38				
Dureza Calcio	mg de CaCO3/L	40				
Nitratos	mg de NO3-/L	0,38			10	10
Nitritos	mg de NO2-/L	0,02			10	10
Sulfatos	mg de SO4/L	33,10			400	400
Magnesio	mg Mg/L	9,12				
Calcio	mg Ca/L	16,00				
Cloruros	mg Cl-/L	12,6	<50, Aceptable		250	250
Manganeso	mg Mn/L	<0,052				
Fosfatos	mg PO4-/L	< LD				
Cobre	mg de Cu/L	<0,077				
Hierro	mg de Fe/L	<0,1				
Demanda Bioquímica de Oxígeno - DBO	mg de O2/L	< 2	Fuente aceptable		20.000 MO/100 mL	1.000 MO/100 mL
Coliformes Totales	UFC/100 mL	8.100	>5.000, fuente muy deficiente		2.000 MO/100 mL	
<i>Escherichia Coll</i>	UFC/100 mL	5.400				

Nota: Valores por debajo del límite de detección, LD.

Nancy Ruiz Narváez
Ingeniera Ambiental

3002731022
nancyruizn@rabw.com