

# CAPÍTULO VII-16. LABORATORIO

## ÍNDICE

---

<b>1. INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
<b>2. ELEMENTOS GENERALES DEL LABORATORIO .....</b>	<b>2</b>
<b>2.1. MATERIALES DE LABORATORIO .....</b>	<b>2</b>
2.1.1. <i>Limpieza del Material .....</i>	<i>2</i>
2.1.2. <i>Material Volumétrico .....</i>	<i>4</i>
<b>2.2. REACTIVOS QUÍMICOS .....</b>	<b>4</b>
2.2.1. <i>Medios de Cultivo.....</i>	<i>5</i>
2.2.2. <i>Agua de Disolución.....</i>	<i>5</i>
<b>2.3. AGUA A EMPLEAR EN EL LABORATORIO .....</b>	<b>5</b>
2.3.1. <i>Agua Destilada y su Control .....</i>	<i>5</i>
2.3.2. <i>Agua Utilizada Para la Preparación de Medios de Cultivo.....</i>	<i>6</i>
<b>2.4. EQUIPOS .....</b>	<b>6</b>
2.4.1. <i>Aparatos Generales .....</i>	<i>7</i>
2.4.2. <i>Instrumental del Laboratorio Microbiológico.....</i>	<i>11</i>
2.4.3. <i>Equipamiento Portátil.....</i>	<i>15</i>
<b>3. EXTRACCIÓN Y MANEJO DE MUESTRAS .....</b>	<b>17</b>
<b>3.1. EXTRACCIÓN DE LA MUESTRA.....</b>	<b>17</b>
3.1.1. <i>Tipos de Muestras.....</i>	<i>18</i>
3.1.2. <i>Métodos de Muestreo .....</i>	<i>20</i>
3.1.3. <i>Equipos de Campo.....</i>	<i>24</i>
<b>3.2. MANEJO DE LA MUESTRA .....</b>	<b>29</b>
3.2.1. <i>Envasado y Preservación de la Muestra .....</i>	<i>29</i>
3.2.2. <i>Tipo de Recipientes y su Preparación .....</i>	<i>31</i>
3.2.3. <i>Rotulación y Transporte.....</i>	<i>33</i>
3.2.4. <i>Manejo de Muestras Para Análisis Microbiológicos .....</i>	<i>33</i>
3.2.5. <i>Procedimientos de Control y Aseguramiento de la Calidad en Campo: Cadena de Custodia .....</i>	<i>34</i>
<b>4. TÉCNICAS ANALÍTICAS .....</b>	<b>37</b>

<b>5. GENERACIÓN, PROCESAMIENTO Y REGISTRO DE DATOS .....</b>	<b>50</b>
5.1. SELECCIÓN DE TÉCNICAS ANALÍTICAS .....	50
5.2. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A EMPLEAR .....	51
5.3. EVALUACIÓN DE LA PRECISIÓN.....	51
5.4. REGISTRO DE LAS EVALUACIONES DE PRECISIÓN.....	52
5.5. ANÁLISIS REQUERIDOS PARA EVALUAR LA PRECISIÓN .....	52
5.6. EVALUACIÓN DE LAS PRUEBAS DE PRECISIÓN .....	53
5.7. GRÁFICOS DE CONTROL.....	54
5.8. COMPARACIÓN DE LAS SOLUCIONES ESTÁNDARES DE CALIBRACIÓN.....	54
5.9. CIFRAS SIGNIFICATIVAS .....	55
5.9.1. <i>Expresión de Resultados</i> .....	55
5.9.2. <i>Criterios Estadísticos Para el Procesamiento de Datos</i> .....	56
<b>6. CALIDAD EN EL LABORATORIO .....</b>	<b>60</b>
6.1. PROCESO ANALÍTICO .....	60
6.2. PROPIEDADES ANALÍTICAS BÁSICAS .....	61
6.3. CALIDAD DE LOS LABORATORIOS .....	62
6.3.1. <i>Garantía de Calidad</i> .....	63
6.3.2. <i>Control de Calidad</i> .....	63
6.3.3. <i>Evaluación de la Calidad</i> .....	63
6.3.4. <i>Plan de Garantía de Calidad</i> .....	65
6.3.5. <i>Actividades de Documentación/Archivo</i> .....	67
6.3.6. <i>Acreditación de Laboratorios</i> .....	68
6.3.7. <i>Ventajas e Inconvenientes de los Programas de Garantía de Calidad</i> .....	68
<b>7. SEGURIDAD EN EL LABORATORIO .....</b>	<b>70</b>
7.1. ASPECTOS DE HIGIENE Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO QUÍMICO .....	70
7.1.1. <i>Equipo de Seguridad de Laboratorio</i> .....	71
7.1.2. <i>Equipo de Protección Personal</i> .....	72
7.1.3. <i>Riesgos en el Laboratorio y su Control</i> .....	73
7.1.4. <i>Manejo del Material de Vidrio</i> .....	75
7.1.5. <i>Monitoreo de Salud en el Ambiente de Trabajo</i> .....	75
7.2. MANEJO DE RESIDUOS.....	75
7.3. RESPUESTA ANTE EMERGENCIAS .....	76
7.4. DISEÑO .....	77
<b>8. CRITERIOS PARA EL DISEÑO DEL LABORATORIO ANALITICO .....</b>	<b>78</b>
8.1. INTRODUCCIÓN .....	78
8.2. CONDICIONES QUE DEBEN CUMPLIR LOS LABORATORIOS .....	79
8.3. PERSONAL .....	79
8.3.1. <i>Area Química</i> .....	79

8.3.2. <i>Area Microbiología</i> .....	80
<b>8.4. REQUERIMIENTOS DE SUPERFICIES, PERSONAL Y EQUIPAMIENTO</b> .....	<b>81</b>
8.4.1. <i>Fuente de Provisión: agua superficial</i> .....	81
8.4.2. <i>Fuente de Provisión: Aguas Subterráneas</i> .....	86
<b>9. REFERENCIAS</b> .....	<b>89</b>
<b>10. ANEXO</b> .....	<b>92</b>
<b>10.1. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES</b> .....	<b>92</b>
<b>10.2. PREPARACIÓN DE MEDIOS DE CULTIVO</b> .....	<b>93</b>
<b>10.3. TABLAS ÚTILES</b> .....	<b>95</b>

## LISTA DE ILUSTRACIONES

### TABLAS

---

<b>Tabla 1.</b> Tipo de lavado del material de laboratorio .....	<b>3</b>
<b>Tabla 2.</b> Tipo de muestras .....	<b>18</b>
<b>Tabla 3.</b> Preservación y plazo máximo de análisis .....	<b>30</b>
<b>Tabla 4.</b> Agrupamiento de parámetros por envase y preservante .....	<b>31</b>
<b>Tabla 5.</b> Procedimientos para el lavado y tipos de recipientes recomendados. ....	<b>32</b>
<b>Tabla 6.</b> Técnicas analíticas de agua frecuentemente empleadas en el laboratorio .....	<b>49</b>
<b>Tabla 7.</b> Factores para calcular el límite de confianza .....	<b>57</b>
<b>Tabla 8.</b> Criterio estadístico para aceptar o rechazar valores extremos .....	<b>58</b>

## FIGURAS

---

<b>Figura 1.</b> Mecheros Meker y Fisher de alta temperatura.....	<b>8</b>
<b>Figura 2.</b> Frascos lavadores (pizetas) .....	<b>8</b>
<b>Figura 3.</b> Desecadores empleados en el laboratorio.....	<b>10</b>
<b>Figura 4.</b> Muestreador con soporte de hierro .....	<b>25</b>
<b>Figura 5.</b> Muestreador de profundidad tipo Van Dorm .....	<b>26</b>
<b>Figura 6.</b> Frasco Kemmerer.....	<b>27</b>
<b>Figura 7.</b> Muestreador múltiple .....	<b>28</b>
<b>Figura 8.</b> Extractor de muestras para oxígeno disuelto.....	<b>28</b>
<b>Figura 9.</b> Esquema de interdependencia entre la calidad de los resultados y las propiedades analíticas básicas .....	<b>61</b>
<b>Figura 10.</b> Esquema del funcionamiento del Programa de Garantía de Calidad en el laboratorio analítico .....	<b>66</b>



## **1. INTRODUCCIÓN**

El material presentado en este Capítulo no constituye un Manual de Laboratorio sino que mas bien presenta un listado de los elementos que necesariamente debe contener un manual, brindando referencias de aspectos específicos desarrollados con amplitud en otros textos y presentando algunos temas particulares. Por ejemplo, en lo que respecta a técnicas analíticas, se mencionan los métodos más habituales y su principio, se indican los materiales requeridos para aplicarlas y se citan las referencias donde puede encontrarse su descripción.

Sin embargo, algunos temas como Extracción y manejo de muestras o Seguridad en el laboratorio entre otros, han sido desarrollados con mayor detalle.

## 2. ELEMENTOS GENERALES DEL LABORATORIO

### 2.1. MATERIALES DE LABORATORIO

El material más adecuado para el uso en el laboratorio, es aquel de tipo refractario o resistente al calor que generalmente es de borosilicato y se conoce con el nombre de “pyrex”, aunque no corresponde sólo a la marca comercial Pyrex, sino también a otras cuyo material es de idéntica calidad. El material de plástico puede ser muy útil para algunos usos pero resulta inútil frente al calor.

Existen otros tipos de materiales de características especiales y alta resistencia a productos químicos de alta reactividad, por lo cual es conveniente consultar los catálogos correspondientes para la buena utilización de los recipientes. Es también muy importante que las tapas utilizadas sean las correctas. Entre los materiales usados para determinaciones especiales podemos contar: porcelana, hierro, níquel, acero, etc.

#### 2.1.1. *Limpieza del Material*

La correcta limpieza del material a utilizar es un factor de mucha importancia para la obtención de buenos resultados. Existen distintos tipos de agentes limpiadores. En la mayoría de los casos el detergente común suele ser muy eficaz. Cuando no es así, pueden utilizarse mezclas sulfocrómicas, soluciones de hidróxido de potasio en alcohol, alcohol, tetracloruro de carbono, ácido clorhídrico, etc. Cuando sea necesario utilizar algunos de estos agentes deben tenerse en cuenta ciertas recomendaciones:

- La mezcla sulfocrómica debe utilizarse sólo para material de vidrio y manejarse con extrema precaución pues ataca rápidamente los tejidos humanos, lo mismo que las prendas de vestir.
- Las soluciones alcalinas fuertes no deben dejarse en contacto con el material de vidrio mucho tiempo, pues lo ataca lentamente.
- Los depósitos o incrustaciones de carbonato o hierro se eliminan fácilmente con ácido clorhídrico.

Una vez limpio el material debe enjuagarse varias veces con agua corriente y luego con agua destilada. Al final de estas operaciones, el agua debe escurrir por el recipiente en forma pareja, sin adherirse a las paredes del mismo.

El tipo de lavado a aplicar dependerá de las determinaciones que vayan a realizarse en el recipiente. En la **Tabla 1** se indica el tipo de lavado recomendado según el parámetro que se desea analizar.

Determinación	Tipo de lavado
PH	Común
Color	Común
Turbidez	Común
Alcalinidad	Común
Dureza	Metales
Calcio	Metales
Magnesio	Metales
Cloro Residual	Común
Cloruro	Común
Conductividad	Común
Nitrato	Orgánicos
Nitrito	Común
Amonio	Común
Sólidos Disueltos Totales	Común
Sulfato	Común
Sodio	Metales
Potasio	Metales
Análisis microbiológico	Bacteriológico

**Tabla 1.** Tipo de lavado del material de laboratorio

### ***Tipos de lavado de material***

#### ***a) Común***

- Limpiar cuidadosamente con detergente adecuado, cepillando el material en todos los casos, y enjuagar con agua de la canilla fría.
- Enjuagar sucesivas veces con agua destilada (al menos 10 veces).

#### ***b) Metales***

- Limpiar cuidadosamente con detergente adecuado y enjuagar con abundante agua de la canilla fría.
- Sumergir el material en agua regia (3 partes de ácido clorhídrico + 1 parte de ácido nítrico).
- Enjuagar con agua destilada al menos 10 veces.

#### ***c) Orgánicos***

- Limpiar cuidadosamente con detergente adecuado y enjuagar con abundante agua de la canilla fría.

- Sumergir en mezcla sulfocrómica al menos 15 minutos, luego enjuagar con abundante agua de canilla fría y después al menos 10 veces con agua destilada. Por último enjuagar al menos 5 veces con agua libre de compuestos orgánicos.
- Secar el material en estufa y tapar con papel metalizado.

d) *Bacteriológico*

- Limpiar cuidadosamente con detergente adecuado y enjuagar con abundante agua de la canilla fría.
- Esterilizar todo el material de vidrio en estufa a 250 °C por un período de tres horas. Las botellas de muestras que no sean de plástico se esterilizarán de la forma antes descrita o en autoclave a 121° C durante 15 minutos. Antes de introducir las en el autoclave hay que aflojar los tapones de las botellas de plástico para evitar que se deformen.

Para la instalación de agua se empleará acero inoxidable u otro material no tóxico. No se utilizarán tuberías de cobre para la distribución del agua. Si se utilizan máquinas de lavado, deberán estar equipadas con un sistema de bombeo de acero inoxidable o de otro material no tóxico.

### 2.1.2. *Material Volumétrico*

El material volumétrico requiere de cierto tipo de cuidados:

- Nunca debe calentarse para la disolución de reactivos, ni guardarse en heladera para conservar los mismos. Debe trabajarse “SIEMPRE” a temperatura ambiente.
- Al enrasar estos recipientes, leer el menisco correctamente evitando así errores de lectura.
- Las pipetas deben dejarse descargar libremente sin soplar y en la posición correcta.
- La pipeta debe mantenerse vertical apoyando su extremo inferior en el recipiente a descargar, manteniendo la pared de éste a 45°.

## 2.2. REACTIVOS QUÍMICOS

Cuando se trata de análisis cuantitativos los reactivos que se utilicen deben ser siempre de la mejor calidad. En general se conocen como reactivos de “grado ACS” para los cuales la American Chemical Society ha publicado las especificaciones. Los reactivos enteramente puros no existen, sin embargo las cantidades y clases de sustancias extrañas presentes pueden ser insignificantes y de este modo no interfieren en los resultados. Existen algunos reactivos que no pueden obtenerse con la pureza requerida (generalmente colorantes). Se recomienda utilizar reactivos que, en su etiqueta, traigan descriptos las impurezas que contienen.

### 2.2.1. Medios de Cultivo

La necesaria uniformidad impone el uso de medios deshidratados. Nunca deben prepararse medios a partir de ingredientes básicos si se dispone de medios deshidratados adecuados. Para la rehidratación y esterilización de éstos hay que seguir las instrucciones del fabricante. También pueden utilizarse medios líquidos comerciales (ampollas estériles u otros) cuando hay constancia de que con ellos se consiguen equivalentes. Los términos utilizados para designar la fuente de proteínas en la mayoría de los medios (por ejemplo, peptona, triptona, triptosa) fueron acuñados por los fabricantes que los desarrollaron y en ocasiones responden más a productos comerciales que a compuestos químicos claramente definidos. Podrá incursionarse en el uso de materiales alternativos siempre que se consigan con ellos resultados equivalentes.

### 2.2.2. Agua de Disolución

#### ***Agua tamponada:***

Para preparar una solución tampón de fosfato, disuélvanse 34,0 g de fosfato dihidrógeno de potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) en 500 ml de agua destilada, ajústese el Ph a  $7,2 \pm 0,5$  con hidróxido de sodio (NaOH) al 1 N y dilúyase hasta 1 L en agua destilada. Añádase 1,25 ml de solución madre de tampón de fosfato y 5,0 ml de solución de cloruro de magnesio (81,1 g de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en 1 L de agua destilada) a 1 L de agua destilada. Repártase en alícuotas que proporcionen  $99 \pm 2,0$  ml ó  $9 \pm 2,0$  ml después de pasarlas 15 minutos por el autoclave.

#### ***Agua de peptona:***

Prepárese una solución de peptona al 10% en agua destilada. Dilúyase un volumen determinado que proporcione una solución final al 0,1%. El Ph final debe ser de 6,8. Divídase en alícuotas que proporcionen  $99 \pm 2,0$  ml ó  $9 \pm 2,0$  ml después de pasarlas 15 minutos por autoclave. No deben suspenderse las bacterias en agua de disolución durante más de 30 minutos a temperatura ambiente, ya que se puede producir la muerte o la multiplicación de las mismas.

## 2.3. AGUA A EMPLEAR EN EL LABORATORIO

### 2.3.1. Agua Destilada y su Control

La calidad del agua destilada a utilizar debe tenerse en cuenta muy especialmente, dado que ésta se utiliza en cantidades muy grandes para casi la totalidad de las determinaciones. Dado que las técnicas que se utilizan generalmente son muy sensibles, los vestigios o impurezas de otras sustancias que puedan estar presentes en el agua podrían ocasionar errores apreciables.

Las sustancias que comúnmente pueden encontrarse en el agua destilada son: amoníaco, cloruro, sodio, calcio, magnesio, hierro, cobre (u otros metales provenientes del metal en que está construido el destilador), gases disueltos y algo de materia orgánica que pueda ser arrastrada. Es recomendable que el aparato para destilar esté

construido totalmente de cristal (o al menos su condensador). Deben realizarse controles sistemáticos para saber qué impurezas están presentes y cuáles deben ser eliminadas de acuerdo a las determinaciones a realizar. Muchas veces el agua requerida es bi o tridestilada.

El amoníaco puede eliminarse acidulando el agua y destilándola. El bióxido de carbono se puede eliminar por ebullición durante unos minutos; en estas condiciones el agua debe ser enfriada y utilizada inmediatamente o conservada en recipientes especiales protegidos del contacto con el aire. Para eliminar restos de materia orgánica debe destilarse el agua con un agregado de permanganato en medio alcalino a fin de oxidar la materia orgánica y desechando las primeras porciones.

Para muchas aplicaciones es también útil el agua desmineralizada por intercambio iónico. Sin embargo, ninguno de los dos tipos de agua puede llamarse absolutamente pura. Se ha comprobado que puede obtenerse agua de muy buena calidad, con menos de 0,1 microohms de conductancia, pasando agua destilada común a través de una columna de intercambio iónico de las denominadas lecho mixto.

### **2.3.2. Agua Utilizada Para la Preparación de Medios de Cultivo**

Para la preparación de los medios de cultivo y de los reactivos se utilizará únicamente agua destilada o desmineralizada que haya sido analizada y no presente trazas de metales disueltos ni de compuestos bactericidas o inhibidores. La toxicidad del agua destilada puede ser consecuencia del empleo del agua fluorada y con alto contenido de sílice. Otras fuentes de toxicidad son la plata, el plomo y diversos complejos orgánicos. Cuando se utiliza el retorno del condensador como alimentación de un alambique, pueden aparecer aminos tóxicos u otros componentes del evaporador en el agua destilada. Asimismo, puede encontrarse cloro o cloraminas residuales en el agua destilada a partir de alimentaciones de agua clorada. Si se encuentran compuestos de cloro en el agua destilada hay que neutralizarlos añadiendo una cantidad equivalente de tiosulfato de sodio o de sulfito de sodio.

El agua destilada tampoco debe contener contaminantes nutritivos, los cuales pueden proceder de la degradación de compuestos orgánicos durante la destilación, del uso continuado de filtros de carbón activado con el lecho agotado o de columnas de desionización que deben ser recargadas, de restos de soldadura en tuberías nuevas, de polvos o humos químicos y de la conservación del agua en botellas que no están bien limpias. El agua destilada se guardará protegida de la luz solar para evitar el crecimiento de algas. Una buena limpieza con productos de uso doméstico suele bastar para eliminar la contaminación por nutrientes.

## **2.4. EQUIPOS**

El laboratorio cuenta además con una serie de instrumentos de medición, que requieren cuidados especiales. Es conveniente tener al lado de cada equipo su manual de fabricación con las instrucciones de instalación, operación y calibración, las que deben ser estrictamente respetadas.

Existen algunos tipos de cuidados, comunes a casi todos los instrumentos: las mesadas donde estén ubicados deben estar construidas de forma tal, que se evite al máximo cualquier tipo de movimiento o vibración. También es conveniente que los instrumentos se encuentren todos en una misma sala, la cual puede mantenerse a una temperatura media estable y con bajo porcentaje de humedad.

Es recomendable la instalación de un estabilizador de corriente conectado a toda la red donde se encuentren los instrumentos y efectuar las debidas conexiones a tierra, puesto que puede producirse la descalibración de los instrumentos eléctricos por cambios bruscos en la tensión. Es posible evitar una importante cantidad de fallas mecánicas en los equipos poniendo especial cuidado al manejarlos y tratando de conservarlos libres de polvo u otras suciedades.

#### **2.4.1. Aparatos Generales**

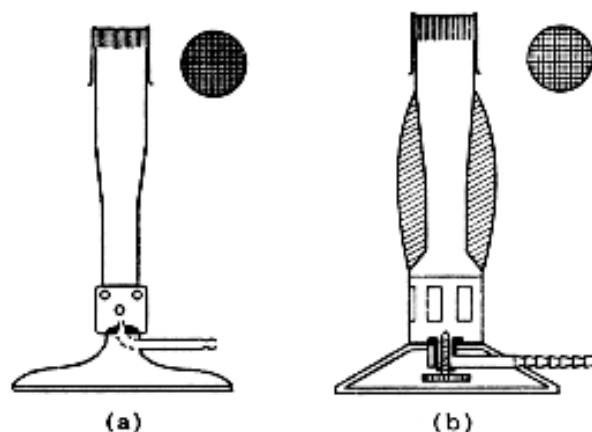
##### ***Mecheros***

El mechero Bunsen es el tipo de mechero que se emplea con mayor frecuencia para la obtención de temperaturas relativamente altas. La temperatura máxima se obtiene ajustando el regulador de modo que admita más aire del requerido para poder producir una llama no luminosa; demasiada cantidad de aire brinda una llama ruidosa que resulta inadecuada.

Este diseño se ha mejorado para que pueda regularse el suministro de gas y de aire. El flujo de gas se controla en la base del mechero por medio de un tornillo que opera una válvula de aguja; el suministro de aire es regulado a través del movimiento ascendente o descendente del tubo del mechero, lo cual permite que ingrese una mayor o menor cantidad de aire por los orificios ubicados en la base. Este aparato se conoce como mechero universal de Pittsburgh, pudiéndose obtener temperaturas en el rango de los 1.050 a 1.150 °C en crisol de platino cubierto o de 600 a 700 °C en crisol de porcelana cubierto.

Con un mechero Meker (**Figura 1a**) se puede alcanzar una temperatura comprendida entre los 1.100 y 1.200 °C en crisol de platino cubierto o de 800 a 900 °C en crisol de porcelana cubierto. En este sistema, los orificios para la admisión de aire son lo suficientemente grandes como para permitir que ingrese la cantidad de aire necesaria para producir una combustión completa del gas. El tubo es más estrecho en las cercanías de la base y más ancho en la parte superior, de modo que se produzca una mezcla perfecta del gas con el aire; posee además una rejilla de níquel encajada en el extremo superior para prevenir el retroceso de la llama. El gas se quema en numerosas pequeñas llamas que dan en conjunto una llama altamente concentrada y muy caliente, de tipo oxidante.

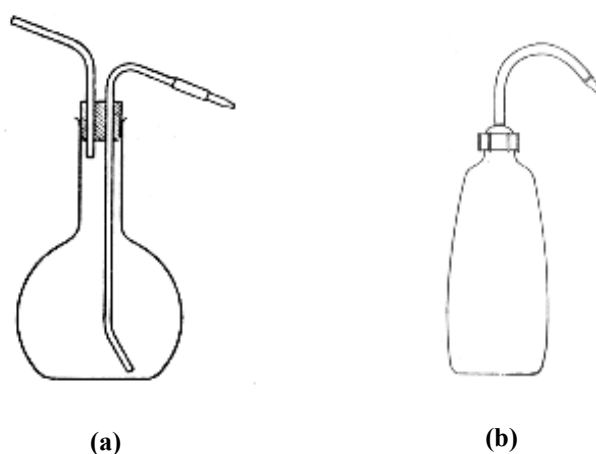
Un diseño mejorado de este sistema es el mechero Fisher de alta temperatura (**Figura 1b**), el cual contiene un arreglo que permite ajustar tanto el suministro de aire como el de gas, al igual que el mechero universal de Pittsburg descripto con anterioridad.



**Figura 1.** Mecheros Meker y Fisher de alta temperatura

### ***Frascos lavadores (pizetas)***

Un frasco lavador es un recipiente de fondo plano que se utiliza para descargar pequeñas cantidades de agua destilada o de algún otro tipo de líquido en la transferencia y lavado de precipitados. Suelen utilizarse frascos de 500 a 750 mililitros de material Pyrex u otro tipo de vidrio resistente, tal como se presenta en la **Figura 2a**. Tiene un tapón de goma y tubos de vidrio ubicados en posición vertical, que permiten la descarga en el mismo plano. Si se trabajara con agua caliente, deberá utilizarse algún material aislante en el cuello del recipiente para proteger las manos del calor. También se utilizan frascos lavadores de polietileno, como el que se muestra en la **Figura 2b**, que presentan la ventaja de ser irrompibles e inertes a muchos líquidos de lavado, aunque deben ser utilizados únicamente para líquidos fríos.



**Figura 2.** Frascos lavadores (pizetas)

### ***Cristalería***

Para la mayoría de los propósitos se prefiere la utilización de material de vidrio Pyrex o borosilicato. El vidrio resistente es ligeramente afectado por todas las soluciones, pero, en general, el ataque por soluciones ácidas es menor que el producido por agua pura o por soluciones alcalinas, por lo cual el agua suele acidificarse en la medida de lo posible, si debe mantenerse en vidrio por un tiempo determinado. Como regla general, el material de vidrio no debe calentarse a fuego directo, por lo cual se utiliza una tela metálica con centro de asbesto interpuesta entre el recipiente y la llama.

### ***Material de porcelana***

La porcelana es empleada en general para operaciones en las cuales el líquido caliente permanece en contacto con el recipiente por períodos prolongados. Se considera que este tipo de material es más resistente a las soluciones alcalinas que el vidrio, aunque dependerá en gran medida de la calidad del esmalte. Las cápsulas se utilizan para evaporación y los crisoles para calcinación de precipitados y calentamiento de pequeñas cantidades de sólidos por su resistencia a las altas temperaturas sin cambios apreciables y su bajo costo. Algunas reacciones, tales como la fusión con carbonato de sodio u otras sustancias alcalinas, o bien evaporaciones con ácido fluorhídrico, no pueden realizarse en crisoles de porcelana, puesto que producen como resultado un ataque químico del recipiente.

### ***Material de platino***

Son materiales resistentes a las fusiones con carbonato de sodio y/o potasio, y se utilizan para evaporaciones con ácido fluorhídrico y otros ácidos simples. Una gran ventaja es su elevada conductividad térmica: un crisol de platino al rojo colocado en un desecador para su enfriamiento está listo para pesar luego de 25 minutos.

### ***Material de plástico***

Los materiales plásticos son ampliamente utilizados para aparatos de laboratorio. Dentro de los más utilizados se puede mencionar:

#### ***Poliétileno***

Se utilizan dos tipos de polietileno: el de baja densidad y el de alta densidad. El primero se emplea para frascos lavadores y tuberías, pudiendo ser sometido a temperaturas no mayores de 60 – 70 °C. El segundo, que presenta mayor rigidez, suele utilizarse para vasos de precipitados, embudos, probetas, pipetas, discos y recipientes en general, pudiendo ser sometido a temperaturas no mayores de 90 – 100 °C. El polietileno tiene una excelente resistencia química a temperatura ambiente, prácticamente no es afectado por el agua, álcalis concentrados, ácidos clorhídrico, fosfórico, fluorhídrico concentrados o ácidos nítrico y sulfúrico diluidos, aunque sí es atacado por el ácido perclórico. Los solventes orgánicos, tales como disulfuro de carbono y en menor medida los hidrocarburos y sus derivados, pueden provocar ablandamiento, hinchazón y algunas veces agrietamiento del material.

### *Polipropileno*

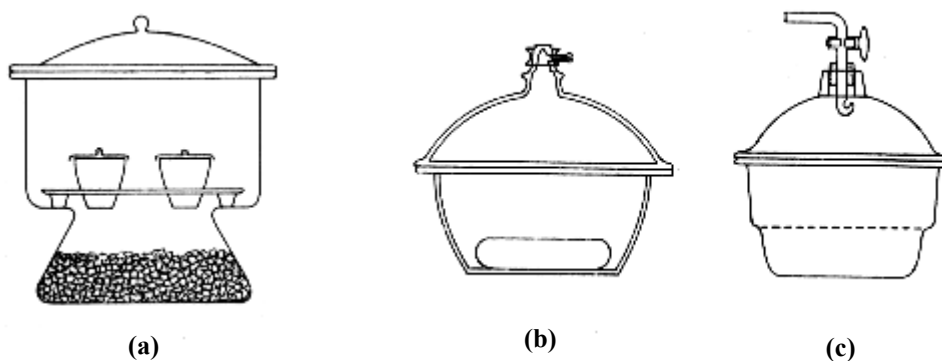
Este material es más rígido que el polietileno y también posee mayor dureza y transparencia, pudiendo soportar temperaturas de hasta 120 – 130 °C. Sus propiedades químicas son similares a las del polietileno.

### *Teflón*

Este es un material extremadamente inerte a elevadas temperaturas (250 – 260 °C), que no es afectado por los reactivos corrosivos más frecuentes o por la mayoría de los solventes orgánicos. Dentro de los aparatos y materiales de teflón se puede mencionar: tuberías, vasos de precipitado, recipientes para evaporación, agitadores, varillas, etc.

### **Desecadores**

Un desecador es un contenedor de vidrio cubierto diseñado para el almacenamiento de objetos en una atmósfera seca. En la **Figura 3a** se observa una forma común de desecador, el modelo Scheibler, que contiene algún agente absorbente, tal como cloruro de calcio anhidro, silica gel, alúmina activada o sulfato de calcio anhidro.



**Figura 3.** Desecadores empleados en el laboratorio

### **Equipo para medición de pH**

Se utilizarán pH metros electrónicos, de una exactitud de al menos 0,1 unidades de Ph, para determinar los valores de Ph de los medios.

### **Balanzas**

Se utilizarán balanzas con una sensibilidad de al menos 0,1 g para cargas de 150 g y pesas adecuadas. Para pesar cantidades pequeñas (inferiores a 2 g) se utilizarán balanzas analíticas con una sensibilidad de 1 mg para una carga de 10 g. Las más recomendables son las balanzas de pesada rápida y un solo plato.

## **2.4.2. Instrumental del Laboratorio Microbiológico**

### ***Incubadoras***

Las incubadoras deben mantener una temperatura uniforme y constante en todo momento y en todas las zonas, es decir, no debe haber diferencias de temperatura superiores a  $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$  entre las zonas que se utilizan. Esta exactitud se consigue empleando incubadoras con camisa de agua o de tipo anhidro, dotadas de unidades de calentamiento eléctricas de baja temperatura controladas por termostato, adecuadamente aisladas e instaladas en las paredes o el suelo de la cámara, o cerca de los mismo, y equipadas, a ser posible, con sistemas mecánicos de circulación de aire.

Las incubadoras equipadas con unidades de calentamiento de alta temperatura resultan insatisfactorias, ya que estas fuentes de calor, cuando se colocan de manera inadecuada, suelen provocar sobrecalentamiento y desecación excesiva de los medios con la consiguiente inhibición del crecimiento bacteriano. Las incubadoras con este sistema de calefacción pueden funcionar bien si se sustituyen las unidades de alta temperatura por una instalación preparada para trabajar a temperatura más baja y se instalan dispositivos mecánicos de circulación del aire. Cuando la temperatura ambiente presenta oscilaciones excesivas, es conveniente mantener las incubadoras en salas especiales con una temperatura inferior en varios grados a la recomendada por el fabricante.

También pueden utilizarse salas especiales de incubación, bien aisladas y equipadas con unidades de calentamiento adecuadamente distribuidas, que cuenten con circulación forzada del aire y entradas de intercambio de aire, siempre que se mantengan dentro de los límites de temperatura deseados. Cuando se utilice este tipo de salas, se registrará diariamente la amplitud térmica de las zonas donde se encuentran las placas o tubos. Las incubadoras estarán provistas de rejillas metálicas o estantes perforados, distribuidos de forma que quede asegurado el mantenimiento de una temperatura uniforme en toda la cámara. Hay que dejar un espacio de 2,5 cm entre las paredes y las pilas de placas o cestas de tubos.

Se colocará un termómetro exacto, conforme a normas (por ejemplo del National Institute of Standards and Technology –NIST- estadounidense) con la ampolla sumergida en líquido (agua, glicerina o aceite mineral), en cada uno de los estantes en uso dentro de la incubadora, y se registrarán las lecturas diarias de temperatura, preferiblemente por la mañana y por la tarde. Además, es conveniente colocar un termógrafo de máxima y mínima en el interior de la incubadora, en uno de los estantes intermedios, o registrar la amplitud térmica a lo largo de las 24 horas. Se determinarán a intervalos las variaciones de temperatura en el interior de la incubadora cuando esté ocupada al máximo de su capacidad. Siempre que sea posible, se instalará un termógrafo, para contar con un registro de temperatura continuo y permanente.

Para mantener una temperatura de  $44,5^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$  suele ser necesario un baño de agua con una cubierta que reduzca la pérdida de agua y calor, o una incubadora de inmersión. Si no se consigue un control satisfactorio de la temperatura, se instalará un sistema de recirculación del agua. Se mantendrá en la incubadora un nivel de agua suficiente como para poder sumergir los tubos hasta un nivel superior al de los medios.

### **Estufas de esterilización por aire caliente**

Se emplearán estufas de esterilización por aire de un tamaño suficiente para evitar sobrecargarlas, proyectadas para proporcionar temperaturas de esterilización uniformes y adecuadas de  $170 \pm 10^\circ \text{C}$ , y provistas de termómetros adecuados. Pueden utilizarse asimismo instrumentos de registro de la temperatura.

### **Autoclaves**

Los autoclaves tendrán un tamaño suficiente como para evitar sobrecargarlos; estarán proyectados para proporcionar una temperatura uniforme dentro de la cámara (incluso a la temperatura de esterilización  $212^\circ \text{C}$ ); contarán con un termómetro exacto cuya ampolla estará situada en la tubería de salida, de forma que registre la temperatura mínima del interior de las cámaras de esterilización (opcionalmente, puede recurrirse a un instrumento de registro de la temperatura); estarán equipados con un manómetro y válvulas de seguridad bien ajustadas, conectadas directamente a tuberías de suministro de vapor saturado dotadas de filtros apropiados para eliminar las partículas y las gotitas de aceite, o conectadas directamente a un generador especial de vapor (no utilizar vapor procedente de un generador tratado con aminas para reducir la corrosión), y deberán ser capaces de alcanzar la temperatura deseada en 30 minutos. Se comprobará, mediante pruebas químicas o de toxicidad, que el sistema de vapor no ha sido tratado con aminas u otros productos químicos anticorrosivos que puedan producir toxicidad.

No es recomendable utilizar un autoclave vertical ni una olla a presión, por las dificultades para ajustar y mantener la temperatura de esterilización y los posibles riesgos que conlleva su uso. Si, en circunstancias especiales o en caso de urgencia, se utiliza una olla a presión, debe estar dotada de un manómetro eficaz y un termómetro cuya ampolla se encuentre 2,5 cm por encima del nivel del agua.

### **Esterilizadores de gas**

Se utilizarán equipos provistos con controles automáticos capaces de llevar a cabo el ciclo completo de esterilización. Como gas de esterilización se usará óxido de etileno el cual debe manejarse con precaución pues es tóxico. Por lo tanto, deberá evitarse su inhalación, ingestión y contacto con la piel. Además, este gas forma una mezcla explosiva con el aire en una proporción del 3-80 % diluido al 10-12 % en un gas inerte. Se dispondrá de un ciclo de control automático para evacuar la cámara de esterilización hasta al menos 0,06 kPa, manteniendo el vacío durante 30 minutos. Asimismo se ajustarán la temperatura y la humedad, luego se cargará la mezcla de óxido de etileno, manteniendo la presión al menos durante 4 horas, posteriormente se retirará el gas, evacuando el equipo hasta casi anular la presión dentro del recipiente y, por último, se retornará el esterilizador a la presión atmosférica con aire estéril. La humedad, temperatura, presión y tiempo del ciclo de esterilización dependen de la mezcla de gas utilizada.

Se guardarán durante una noche las botellas de muestras esterilizadas con gas sin ajustar los tapones, para dejar que se disipen los residuos de mezcla gaseosa. Los medios esterilizados con gas se incubarán durante una noche para asegurarse de que se ha disipado el gas.

En general, las mezclas de óxido de etileno con hidrocarburos clorados deterioran los plásticos, aunque este efecto es mínimo con temperaturas inferiores a  $55^\circ \text{C}$ , una presión del gas no superior a 35 kPa y un tiempo de esterilización inferior a 6 horas. Si se utiliza

dióxido de carbono como diluyente del óxido de etileno, se aumentarán el tiempo de exposición y la presión, dependiendo de la temperatura y la humedad que puedan utilizarse. Se determinará el ciclo y la mezcla de gas adecuados para los objetos que se vayan a esterilizar, confirmándose esta adecuación mediante ensayos de esterilidad.

### ***Equipo óptico de recuento***

a) *Placas fluidas y difusas:* Se Utilizará un contador de colonias de tipo Quebec, preferiblemente un modelo con campo oscuro, u otro que proporcione unos aumentos equivalentes (1,5 diámetros) y una visibilidad satisfactoria.

b) *Filtros de membrana:* Se utilizará un microscopio binocular de 10 a 15 aumentos. Se dispondrá de iluminación fluorescente luz de día, con un ángulo de 60-80° sobre las colonias, para las no pigmentadas, se usará una iluminación de ángulo bajo.

c) *Recuento mecánico.*

### ***Utensilios para la preparación de medios***

Se utilizará instrumental de vidrio de borosilicato o de otro material adecuado y no corrosivo, como el acero inoxidable. Empléese material de vidrio limpio y sin residuos, agar seco y otras sustancias extrañas capaces de contaminar los medios.

### ***Pipetas y probetas***

Se utilizarán pipetas del tamaño adecuado, siempre que suministren el volumen necesario con exactitud y rapidez. El error de calibración para un determinado lote no debe superar el 2,5%. Se emplearán con la graduación claramente marcada y la punta intacta. Se utilizarán probetas y pipetas que cumplan con las normas de calidad correspondientes.

### ***Recipientes para pipetas***

Se utilizarán cajas de aluminio o acero inoxidable, cilíndricas o rectangulares, de 5 a 7,5 cm de anchura y una longitud aproximada de 40 cm. Cuando no se disponga de ellas, se sustituirán por envolturas de papel individuales. Para evitar la carbonización excesiva durante la esterilización, se empleará un papel de pasta de sulfato (papel Kraft) de primera calidad. No se utilizarán latas o cajas de cobre ni de aleaciones de cobre para guardar las pipetas.

### ***Heladera***

Se utilizará una heladera que mantenga la temperatura entre 1 y 4,4 °C para guardar las muestras, medios reactivos, etc. No se guardarán disolventes volátiles, alimentos ni bebidas en las heladeras donde haya medios de cultivo. Las heladeras antiescarcha pueden provocar una deshidratación excesiva de los medios conservados durante más de 1 semana.

### ***Instrumentos de control de la temperatura***

Se utilizarán termómetros de vidrio o metal graduados a intervalos de 0,5 °C para controlar la mayoría de las incubadoras y heladeras. En el caso de incubadoras que deban funcionar a más de 40 °C, se utilizarán termómetros graduados a intervalos de

0,1 °C. Los instrumentos de registro continuo tendrán la misma sensibilidad. Se comprobará la exactitud contrastando las medidas con las de un termómetro homologado.

### ***Frascos o tubos de dilución***

Se utilizarán frascos o tubos de vidrio resistente, preferiblemente de vidrio de borosilicato, con tapones de vidrio o tapas de rosca cuyo revestimiento no produzca compuestos tóxicos o bacteriostáticos al ser esterilizado. No se utilizarán tapones de algodón para cerrarlos. Se marcarán las señales de graduación de forma indeleble en un lado de las botellas o tubos de dilución. Las botellas de vidrio pueden sustituirse por botellas de plástico no tóxico del tamaño adecuado, siempre que puedan ser esterilizadas correctamente.

### ***Placas de Petri***

Para el recuento en placa se utilizarán placas de Petri de vidrio o plástico de alrededor de 100 x 15 mm. Empleándose placas de fondo plano, sin burbujas ni estrías, de forma que el medio presente un grosor uniforme en toda la placa. Para la técnica de filtro de membrana se utilizarán placas de vidrio o plástico de tapa suelta de 60 x 15 mm, o placas de cierre hermético de 50 x 12 mm. Las placas de Petri se esterilizan y conservan en envases metálicos (de aluminio o acero inoxidable, nunca de cobre) o envueltas en papel, preferiblemente de pasta de sulfato (Kraft) de primera calidad, antes de esterilizarlas.

### ***Equipo de filtración de membrana***

Se utilizarán embudos de filtración y soportes de membrana de acero inoxidable sin costuras, vidrio o plástico resistente al autoclave, que no tengan fugas ni sufran corrosión. Son aceptables los equipos de laboratorio de campo, pero son necesarios equipos y procedimientos normalizados para la filtración en laboratorio.

### ***Tubos y viales de fermentación***

Se utilizarán tubos de fermentación de cualquier tipo, siempre que su diseño permita adaptarlos a las exigencias de concentración de ingredientes nutritivos en el medio y al volumen de éste que se describen más adelante. Cuando se utilicen tubos para una prueba de producción de gas, se introducirá un vial protegido en posición invertida. Se emplearán tubos y viales de un tamaño que permita que el vial esté completamente lleno de medio y sumergido, al menos parcialmente, en el tubo; además, serán lo suficientemente grandes como para que las burbujas de gas puedan verse con facilidad.

### ***Equipo de inoculación***

Se utilizarán ansas de aleación de níquel o de platino-iridio para esterilización a la llama y de calibre 22 ó 24. También son satisfactorias las ansas de transferencia reutilizables de aluminio o acero inoxidable. Se utilizarán ansas de al menos 3 mm de diámetro y se esterilizarán con calor seco o vapor. También puede recurrirse a los aplicadores desechables de madera dura. Deberán tener un diámetro de 0,2 a 0,3 cm y ser, como mínimo, 2,5 cm más largos que el tubo de fermentación; se esterilizan con calor seco y se conservan en recipientes de vidrio o de otro material no tóxico.

### ***Frascos de muestras***

Para las muestras bacteriológicas se utilizarán botellas esterilizables de vidrio o plástico del tamaño y la forma adecuados. Se usarán botellas cuya capacidad permita guardar un volumen de muestra suficiente para todos los análisis necesarios, que dejen un espacio aéreo adecuado, que puedan lavarse con facilidad y que mantengan las muestras sin contaminar hasta que se haya acabado el estudio. Se recomiendan las botellas con tapón de vidrio esmerilado, preferentemente de boca ancha y de un vidrio resistente. También son satisfactorias las botellas de plástico de tamaño adecuado, boca ancha y fabricadas con materiales no tóxicos, como el polipropileno, que pueden esterilizarse repetidas veces. Se han comercializado bolsas de plástico preesterilizadas, con o sin un agente decolorante, que también pueden utilizarse. Los envases de plástico eliminan la posibilidad de rotura durante el transporte y reducen el peso.

En los frascos para muestras pueden utilizarse tapones de rosca de plástico o metal con revestimientos, siempre que al esterilizarlos no se produzcan compuestos tóxicos. Antes de esterilizarlas, se cubrirán con papel de aluminio o papel Kraft fuerte las bocas y los cuellos de las botellas de muestra con cierre de vidrio.

### ***2.4.3. Equipamiento Portátil***

El trabajo de campo así como las mediciones repetidas en puntos alejados de la planta de tratamiento o en instalaciones piloto puede requerir la realización de mediciones in situ. Para ello, se podrá utilizar equipamiento portátil actualmente disponible en el mercado. De acuerdo con el parámetro y la necesidad de exactitud en la medición, se podrá recurrir a instrumentos de campo que trabajen con el mismo principio de funcionamiento que su homólogo del laboratorio, o bien se emplearán métodos semicuantitativos que generalmente se basan en el desarrollo de color y su comparación con patrones fijos.

#### ***Análisis colorimétrico:***

Existen diversos tipos de instrumentos de campo que permiten realizar análisis colorimétricos para evaluar la calidad química del agua. Entre ellos el más sencillo es el colorímetro de bolsillo que consiste esencialmente en un fotómetro de filtro, con longitud de onda específica, dedicado a la medición de un único parámetro y accionado por pilas. Asimismo están disponibles otros colorímetros de campo que permiten seleccionar la longitud de onda deseada mediante un procesador previamente programado y registrar los datos leídos. Existen también espectrofotómetros de campo con haz único controlado por una microprocesadora que no sólo permite la impresión, el registro y el almacenamiento de los datos obtenidos en el terreno sino también el envío de estos datos a una interfase con una computadora personal para su procesamiento adecuado en forma electrónica. Aplicando la técnica de desarrollo de color correspondiente a este tipo de instrumentos se puede realizar la medición de una serie de parámetros como por ejemplo: cloro libre y total, fluoruro, fosfato, manganeso, monoclорamina, amoníaco libre, nitrato, nitrógeno amoniacal y oxígeno disuelto entre otros.

### **Medición de turbidez:**

Se han desarrollado turbidímetros de bolsillo con estándares fijos de calibración que permiten realizar mediciones en el lugar. Además, existen turbidímetros portátiles que incluyen un sistema óptico de dos detectores para la compensación de muestras coloreadas.

### **Análisis microbiológico:**

Existen en el mercado equipos de campo para la realización de análisis microbiológicos de calidad de agua *in situ*. Estos equipos incluyen incubadora portátil alimentada por batería recargable, frascos estériles y caldos de cultivo apropiados para el análisis a ejecutar. En algunos casos se complementa el equipo microbiológico con instrumentos y reactivos colorimétricos que permiten determinar la concentración de cloro libre, total, y otros parámetros. Este conjunto conforma un laboratorio portátil de utilidad en las determinaciones de potabilidad de agua. Las incubadoras de campo disponibles trabajan tanto en base al método del número más probable como al de filtración por membrana.

La descripción presentada arriba puede servir de referencia general sobre la disponibilidad actual de equipamiento portátil en el mercado. No obstante, es importante tener en cuenta que el desarrollo de instrumental analítico de campo es un sector productivo extremadamente dinámico y por lo tanto esta información debe actualizarse periódicamente.

### 3. EXTRACCIÓN Y MANEJO DE MUESTRAS

#### 3.1. EXTRACCIÓN DE LA MUESTRA

Se entiende por muestreo a la recolección física de una porción representativa de una corriente proveniente de una operación de tratamiento.

Para que una muestra provea datos significativos es imperativo que refleje las propiedades promedio del universo del cual fue obtenida, que se mantenga su integridad física y química, y que se analice en el marco de un programa de aseguramiento de la calidad. El valor comienza a variar desde el momento de la recolección de la muestra hasta la obtención del resultado. Por lo tanto lo más importante del valor obtenido en un laboratorio es, que sea representativo del agua en estudio. Esto se logra asegurándose una buena recolección de la muestra y una eficaz preservación hasta el momento de su análisis.

Es importante que la muestra se extraiga siempre del mismo lugar, de modo que se puedan interpretar los cambios temporales que se producen en la calidad del agua. Aunque algunas determinaciones tienen plazos bastante amplios para efectuar su realización, es conveniente que entre el momento de la recolección y el análisis, transcurra el menor tiempo posible. Es conveniente determinar ciertos parámetros "in situ", por ejemplo: temperatura, gases disueltos, Ph, sulfuros, cloro residual, turbidez y olor.

Es muy importante que la muestra obtenida, sea representativa del curso de agua a analizar. En todos los casos, aunque los frascos estén perfectamente limpios, deben ser enjuagados con la muestra 3 ó 4 veces.

Puede ocurrir que el responsable de la toma de muestra envíe el material al laboratorio para la realización de determinaciones específicas, o bien que el laboratorio realice o prescriba el programa de muestreo, que es determinado en conjunto con el usuario de los resultados del ensayo, según sus necesidades. Tal consulta es esencial para asegurar la selección de las muestras y los métodos analíticos que brindarán la información necesaria para responder a las dudas iniciadas con el muestreo.

Para obtener una muestra representativa que permita obtener datos confiables, será necesario el desarrollo y aplicación de una estrategia de muestreo, la cual se preparará antes del muestreo para organizar y coordinar las actividades, maximizar la exactitud de los datos y minimizar los errores atribuibles a la selección incorrecta de los procedimientos de muestreo. El plan de extracción de muestras deberá contar al menos con la siguiente información mínima:

- Objetivo del muestreo.
- Tipo de muestras.
- Selección de los puntos de muestreo.
- Cantidad de muestras.

- Frecuencia y tiempos de muestreo.
- Técnicas de recolección y manipuleo de las muestras.

El objetivo del muestreo consiste generalmente en recoger una porción de material bastante pequeña en cuanto a su volumen, para ser transportada en forma conveniente y manipulada en el laboratorio y, que al mismo tiempo, permita representar con precisión el material que se está extrayendo. Dicho objetivo implica que las porciones relativas o concentraciones de todos los componentes serán iguales tanto en la muestra como en el material que está siendo muestreado, y que la muestra será manejada de tal forma que no se produzcan cambios significativos en la composición antes de que se realicen los ensayos correspondientes.

### 3.1.1. Tipos de Muestras

Un elemento importante en el diseño de una estrategia de muestreo efectiva es la selección del tipo de muestra a extraer que resulte más apropiada para las condiciones operativas. Dentro de la modalidad aleatoria, es posible extraer dos tipos de muestras, puntual o compuesta, las cuales pueden obtenerse en forma manual o automática y que se describen en la **Tabla 2**.

Estrategia de muestreo	Definición	Aplicabilidad	Ventajas / Desventajas
Puntual	Muestra que se toma en un determinado lugar en distintos momentos.	Es el tipo de muestra mayormente utilizado en el muestreo aleatorio. Resulta de mucha utilidad para la determinación de variabilidad de una corriente	<p><i>Ventajas:</i> técnica muy simple, representa la mejor medida de la variabilidad.</p> <p><i>Desventajas:</i> puede requerir un número de muestras mayor que para el caso de muestra compuesta, para obtener una muestra representativa.</p>
Compuesta	Muestra que se compone de un número de alícuotas individuales y que se combinan en una única muestra para su análisis.	Se utilizan cuando se desea estimar la concentración promedio de los constituyentes de una corriente.	<p><i>Ventajas:</i> reduce los costos analíticos. Puede requerir de un número menor de muestras necesarias para garantizar la representatividad de la muestra.</p> <p><i>Desventajas:</i> únicamente provee las concentraciones promedio de la corriente. No es posible obtener la información referente al rango de concentraciones</p>

Fuente: EPA 530/R-94/024 (1994)

**Tabla 2.** Tipo de muestras

### ***Muestras puntuales***

Las muestras puntuales, son aquellas que se recogen en un momento y lugar dados y que representan únicamente las características de la corriente en el instante en que la muestra está siendo tomada. Sin embargo, cuando una fuente es conocida y puede considerarse que su composición es más o menos constante en un período de tiempo o de extensión relativamente grande, puede representarse bastante bien a través de una única muestra puntual. Este caso se presenta a menudo en algunas fuentes de aguas superficiales, ciertos suministros de agua potable, y con menor frecuencia en algunos tipos de efluentes líquidos.

En el caso en que la fuente presente variaciones con el tiempo, la recolección de muestras puntuales a intervalos adecuados y su análisis, puede ayudar para determinar el alcance, frecuencia y duración de tales variaciones. En estos casos, los intervalos de muestreo pueden ser tan bajos como 5 minutos o tomar valores mayores a la hora, dependiendo de la frecuencia y duración con que se producen las variaciones.

El volumen a recoger dependerá fundamentalmente del número total de determinaciones analíticas requeridas y de los volúmenes necesarios para cada una de ellas. Dentro de este tipo de muestras pueden reconocerse dos tipos:

- **Muestra instantánea discreta:** es la que se toma en un lugar, profundidad y tiempo seleccionados y luego se analiza para los componentes de interés.
- **Muestra instantánea integrada en profundidad:** es la que se toma en puntos predeterminados de la columna de agua en un lugar y tiempo seleccionados para un cuerpo de agua dado; analizándose luego para los componentes de interés.

### ***Muestras compuestas***

Una muestra compuesta es aquella que se obtiene mezclando en un recipiente varias muestras discretas de volúmenes iguales o ponderados, analizándose una alícuota de la mezcla para cada componente de interés. Este tipo de muestra permite obtener una estimación de la calidad promedio del agua durante el período de muestreo. Se distinguen dos tipos de muestras compuestas:

- **Compensada en el tiempo:** es la que se obtiene por bombeo continuo y constante o por mezcla de volúmenes iguales de agua extraídos a intervalos regulares de tiempo. Este tipo de muestras se utilizan con frecuencia para la obtención de las concentraciones promedio que se utilizarán en el cálculo de las cargas aplicables en un sistema de tratamiento de efluentes líquidos. Para la mayoría de las determinaciones se considera como standard una muestra compuesta que considera un período de 24 horas.
- **Compensada según el caudal:** es la que se obtiene por bombeo continuo a una velocidad proporcional al caudal o por mezcla de volúmenes de agua proporcionales al caudal extraídos a intervalos regulares de tiempo.

### ***Tamaño de la muestra***

El volumen de la muestra a extraer dependerá de una serie de condiciones, tales como el tipo y cantidad de parámetros que se pretende analizar, de la técnica analítica empleada y de las concentraciones que se espera encontrar de las variables de interés.

### ***Frecuencia de muestreo***

Es poco probable que la calidad de un curso de agua permanezca constante en el tiempo, puesto que se halla sujeta a cambios producidos por el aumento o disminución de la concentración de los diversos elementos que ingresan en él. Dichos cambios se producen naturalmente o bien por la acción del hombre, pudiendo ser cíclicos o aleatorios. Las variaciones aleatorias corresponden a eventos irregulares y, a menudo, impredecibles, tales como tormentas repentinas, derrames, pérdidas accidentales, o cualquier otro acontecimiento que ocurra sin previo aviso. Por otra parte, las variaciones cíclicas pueden ser la consecuencia de cambios estacionales de temperatura y precipitaciones. También pueden deberse a actividades industriales, agrícolas o municipales debido a ciclos de descarga y extracción.

La variabilidad es diferente según se trate de un río, un lago o agua subterránea. Será mayor en los ríos, aumentando en relación directa a la cercanía de la fuente con respecto al punto de muestreo. En los lagos se verifica cierta inercia ante cualquier cambio repentino, siempre que haya una buena mezcla lateral, mientras que las aguas subterráneas suelen presentar menor variabilidad que los casos anteriores, siendo función de la profundidad del muestreo, el volumen del acuífero y de la conductividad hidráulica.

Cuando se producen variaciones cíclicas, el tiempo de muestreo deberá contemplar los períodos de variabilidad; de esta forma, si la toma de muestra se corresponde con los diferentes ciclos se podrán obtener resultados que permitan evaluar los cambios en la calidad del agua. Sin embargo, estas muestras no son representativas en el tiempo y no indican lo que sucede durante el resto del ciclo, por lo cual algunos programas de muestreo suelen incluir tiempos de extracción de muestras aleatorios, distribuidos en forma más o menos pareja a lo largo del año.

En todos los casos es conveniente seguir una metodología para la evaluación de la frecuencia de muestreo que consistirá fundamentalmente en la recolección de información referente a las condiciones que afectan la calidad del agua, los requerimientos de la misma en función del uso propuesto y los datos existentes en cuanto a las determinaciones analíticas realizadas, así como la realización de estudios preliminares que permitan identificar los ciclos de variabilidad.

### **3.1.2. Métodos de Muestreo**

#### ***Muestreo manual***

Este tipo de muestreo se utiliza en general para evaluar descargas batch y presenta la ventaja de que el operador encargado de la recolección de la muestra puede observar e informar condiciones excepcionales en el muestreo. Generalmente se aplica esta metodología en los estudios preliminares a fin de establecer el lugar y momento en que se utilizarán los muestreadores automáticos.

#### ***Muestreo automático***

Este método de trabajo puede resultar más conveniente cuando se necesita evaluar varios puntos de muestreo a intervalos frecuentes o cuando se requiere un registro continuo de los mismos. A pesar de que el costo de instalación de los muestreadores

automáticos es elevado, éste se compensa por el ahorro en la mano de obra requerida para la recolección manual. Una ventaja adicional que presenta la utilización de muestreadores automáticos es la posibilidad de reducir errores inherentes a la recolección manual. En la actualidad existe una gran variedad de muestreadores continuos que se comercializan para diversas aplicaciones, por lo cual deben evaluarse cuidadosamente en función del objetivo que se persigue.

### ***Muestras microbiológicas***

Las muestras para estudios microbiológicos se recogerán en botellas cuidadosamente lavadas a las que se habrá dado un enjuague final con agua destilada, y esterilizada. En algunos casos la muestra puede recolectarse en bolsas de plástico preesterilizadas. El volumen de la muestra debe ser suficiente para poder realizar todos los análisis necesarios, por lo general, no conviene que sea inferior a 100 ML.

Para desclorar las muestras debe añadirse un agente reductor a los recipientes en los que se vaya a recoger agua con residuos de cloro u otros halógenos, a menos que dichos recipientes contengan caldos para siembra directa de la muestra. El tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) es un buen agente desclorante que neutraliza todos los residuos halógenos e impide el mantenimiento de la acción bactericida durante el transporte de la muestra. El posterior estudio de ésta indicará, por tanto, de forma más exacta el verdadero contenido microbiano del agua en el momento de realizarse la toma.

En las muestras de agua potable puede reducirse la concentración de agente desclorante: 0,1 ML de una solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  al 3% en una botella de 120 ML proporciona una concentración final de 18 mg/L en la muestra, lo que basta para neutralizar hasta 5 mg/L de cloro residual.

En casos de desinfección de urgencia con altas concentraciones de cloro, añádase suficiente agente desclorante para alcanzar una concentración de 100 mg/L en la muestra. Tápese la botella y esterilícese con calor húmedo o seco. Se comercializan bolsas de plástico preesterilizadas que contienen  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

Las muestras de agua con alto contenido de cobre o zinc y las muestras de aguas residuales con alto contenido en metales pesados se recogerán en botellas que contengan un agente quelante que reduzca la toxicidad del metal. Esto es especialmente importante cuando el tiempo de transporte de las muestras sea superior a las 4 horas. Utilícese 372 mg/L de la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (EDTA) como agente quelante. Previamente, se ajustará el Ph de la solución de EDTA a 6,5 y se añadirá entonces a la botella de toma de muestra antes de esterilizarla (0,3 ML de una solución al 15% para una botella de 120 ML) o se combinará con la solución  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  antes de introducirla en la botella.

### ***Procedimientos de toma de muestras para análisis bacteriológico***

Al hacer la toma de la muestra se dejará un amplio espacio aéreo en la botella (al menos 2,5 cm) para facilitar la mezcla por agitación antes de proceder al estudio. Se tomarán muestras representativas del agua objeto de la prueba, se limpiará con agua y se desinfectará la salida de la muestra utilizando técnicas asépticas para evitar la contaminación de la misma.

Las botellas que vayan a utilizarse para la toma se mantendrán cerradas hasta el momento de llenarlas. Se retirarán los tapones y las tapas a la vez, para no contaminar la

superficie interna del tapón o la tapa ni el cuello de la botella. Se llenará la botella sin enjuagarla, se cerrará inmediatamente con el tapón o la tapa y, en su caso, se colocará el gancho de seguridad alrededor del cuello de la botella.

*a) Agua potable*

Si se va a tomar una muestra de agua procedente de un grifo de una red de distribución, se elegirá un grifo al que llegue el agua por una tubería conectada directamente con la principal y no, por ejemplo, procedente de una cisterna o un depósito de almacenamiento. Abrir completamente el grifo y dejar correr el agua durante 2 ó 3 minutos, o durante el tiempo suficiente para que limpie la tubería de servicio. Reducir el caudal de agua para poder llenar la botella sin que se derrame. Si la limpieza del grifo es dudosa, aplicar a la boca del mismo una solución de hipoclorito de sodio (100 mg de NaClO/L) antes de tomar la muestra; dejar correr el agua otros 2 ó 3 minutos después del tratamiento. No se harán tomas de grifos que tengan fugas y dejen salir el agua por encima de su superficie externa. Cuando se tomen muestras de grifos mezcladores, se retirarán los filtros, protectores contra salpicaduras y demás accesorios semejantes; se dejará correr agua caliente durante 2 minutos, después agua fría durante 3 minutos, y se realizará la toma de la forma anteriormente indicada.

Si se va a tomar una muestra de un pozo con bomba de mano, se bombeará agua durante alrededor de 5 minutos antes de hacer la toma. Si el pozo está equipado con una bomba mecánica, se hará la toma en un grifo de descarga. En caso de que no exista sistema de bombeo, se hará la toma directamente del pozo por medio de una botella esterilizada provista de un peso en la base, hay que tener cuidado para evitar la contaminación de las muestras por la espuma superficial.

En los estudios de agua potable se harán tomas de agua terminal y de distintos puntos del sistema de distribución, elegidos de forma que se asegure una cobertura sistemática todos los meses. Se escogerán cuidadosamente los puntos de toma de muestras en el sistema de distribución, incluyendo las secciones ciegas, para demostrar la calidad bacteriológica de la totalidad de la red y asegurándose de que no hay contaminación localizada en las interconexiones transversales y no existen roturas en las tuberías de distribución, ni reducción de la presión positiva. Los lugares de toma de muestra pueden ser sitios públicos (comisarías, cuarteles de bomberos, edificios oficiales, escuelas, estaciones de trenes o autobuses, aeropuertos, parques públicos), establecimientos comerciales (restaurantes, estaciones de servicio, edificios de oficinas, plantas industriales), domicilios privados (viviendas unifamiliares, edificios de departamentos y complejos urbanísticos) así como estaciones de muestreo especialmente construidas al efecto en la red de distribución. Se establecerá un programa de toma de muestras de acuerdo con las autoridades sanitarias estatales y locales.

*b) Suministro de agua sin tratar*

Cuando se hagan tomas directas de ríos, corrientes, lagos, pantanos, fuentes o pozos, se obtendrán muestras representativas del agua que llega a los consumidores. No es conveniente tomar muestras demasiado cerca de la orilla o demasiado lejos del punto de extracción ni a una profundidad superior o inferior a la de dicho punto.

*c) Aguas superficiales*

Los estudios de cursos de agua y lagos o embalses son en muchos casos trabajos breves y de gran intensidad. Para la toma de muestras bacteriológicas se elegirán sitios

que incluyan una línea de base aguas arriba del área de estudio, las salidas industriales y municipales de aguas residuales a la corriente principal del área de estudio, los tributarios, salvo los que tengan un caudal inferior al 10% de la corriente principal, los puntos de toma de los suministros de agua industriales y municipales, muestras aguas abajo según el sentido de escurrimiento de la corriente y áreas recreativas situadas aguas abajo. La dispersión de las aguas residuales en la corriente receptora puede exigir estudios previos de sección transversal para determinar la homogeneidad de la mezcla.

Cuando se trate de una corriente tributaria, se elegirá un punto de toma cercano a la confluencia con la corriente principal. Las muestras pueden tomarse desde un bote o desde puentes próximos a los puntos críticos de estudio. Se elegirá una frecuencia para la toma de muestras que refleje las condiciones de la corriente o masa de agua. Así, por ejemplo, para valorar las descargas de residuos se harán tomas cada 4-6 horas y se adelantará el horario durante un período de 7 a 10 días.

Para controlar la calidad del agua de cursos de agua y lagos se establecerán localizaciones de toma de muestras en zonas críticas. La frecuencia de las tomas será estacional en el caso de las aguas de uso recreativo, diaria en el de las tomas para suministro de agua, horarias o incluso continua cuando el control del tratamiento de los residuos sea errático y los efluentes salgan a áreas de explotación de moluscos y mariscos.

#### *d) Playas*

Las localizaciones de toma de muestras en las zonas recreativas deben reflejar la calidad del agua en la totalidad de las mismas. Se incluirán puntos de las zonas periféricas situadas aguas arriba y lugares adyacentes a desagües o perfiles naturales que puedan constituir aliviaderos torrenciales o de aguas sépticas. En las zonas de baños se tomará las muestras a una profundidad uniforme de alrededor de 1 m. Se tendrá en cuenta la posibilidad de tomar muestras de sedimentos de la zona de contacto agua-playa (suelo), dada la exposición de los niños pequeños al borde del agua.

Para obtener datos básicos sobre la calidad del agua de baño de mares y estuarios se tomarán muestras con la marea alta, baja y media. La frecuencia de las tomas se establecerá en relación directa con el período de máxima afluencia de bañistas, que en general coincide con las primeras horas de la tarde. Lo más conveniente es hacer tomas diarias durante la temporada oficial de baños; como mínimo, se tomarán muestras los viernes, sábados, domingos y días festivos. Si se limitan las tomas a los días de mayor uso recreativo, es preferible hacerlas por la mañana y a primera hora de la tarde. Los datos bacteriológicos se pondrán en relación con los niveles de turbidez o lluvia caída sobre el agua para hacer rápidas valoraciones de los cambios en la calidad del agua.

#### *e) Sedimentos y lodos*

Es importante conocer el estado bacteriológico de los sedimentos de fondo de los pantanos para abastecimiento de agua, así como de los lagos, ríos y costas utilizados para fines recreativos, y de las aguas con explotaciones marisqueras. Los sedimentos proporcionan un índice estable de la calidad general del agua que los cubre, en especial cuando ésta presenta una gran variabilidad en su calidad bacteriológica.

La frecuencia de las tomas en pantanos y lagos puede establecerse en relación con las oscilaciones estacionales de la temperatura del agua y de la escorrentía. En los ríos y estuarios, los cambios en los sedimentos de fondo son más erráticos, ya que dependen

de la escorrentía, los aumentos de velocidad de la corriente y los cambios bruscos en la calidad de las descargas efluentes.

*f) Toma de muestras manual*

La toma de muestras en ríos, arroyos, lagos o pantanos se hará sosteniendo la botella cerca de su base con una mano y sumergiéndola boca abajo. Girar la botella hasta que el cuello apunte hacia arriba, con la boca dirigida hacia la corriente. Si no hay corriente, como en el caso de un pantano, se crea una corriente artificial empujando la botella horizontalmente en dirección contraria a la de la mano. Si la toma se hace desde una embarcación, se recogen muestras del lado de río aguas arriba del mismo. Si no es posible hacer la toma de esta forma, se coloca un peso en la base de la botella y se sumerge en el agua. En cualquier caso, deberá evitarse el contacto con la orilla o el lecho del río, pues de lo contrario la muestra puede ensuciarse.

*g) Toma con aparatos*

Para hacer las tomas de muestras en zonas profundas de lagos o pantanos se precisan aparatos especiales que permitan destapar la botella bajo la superficie. Existen varios tipos de aparatos de toma de muestra en aguas profundas de los que el más utilizado es el ZoBell J-Z, que consta de una botella estéril de 350 ml con un tapón de goma a través del cual se ha introducido un trozo de tubo de vidrio, el cual está unido a otro trozo de vidrio por medio de una conexión de goma. La unidad está montada en una estructura metálica que contiene un cable y un portador. Al soltar el portador, éste golpea el tubo de vidrio en un lugar previamente debilitado por una marca, lo rompe y libera la tensión desarrollada por la conexión de goma, desviándose el tubo hacia un lado. El agua penetra en la botella gracias al vacío parcial creado al sellar la unidad en el momento de pasarla por el autoclave. Existen adaptaciones comerciales de éste y otros aparatos de toma de muestras.

La toma de muestras de sedimentos de fondo requiere asimismo aparatos especiales. Se ha comprobado la eficacia del aparato descrito por Van Donsel y Geldreich con una amplia variedad de materiales de fondo, tanto para toma de muestras manual (aguas someras) como a distancia (aguas profundas). Este aparato debe ser de acero inoxidable y estar dotado de una bolsa de plástico estéril. Una vez que el aparato se ha introducido en el sedimento, se cierra la bolsa con un cordón de nylon. Durante el descenso, una barra deslizante la bolsa cerrada y la abre en el momento de hacer la toma.

### **3.1.3. Equipos de Campo**

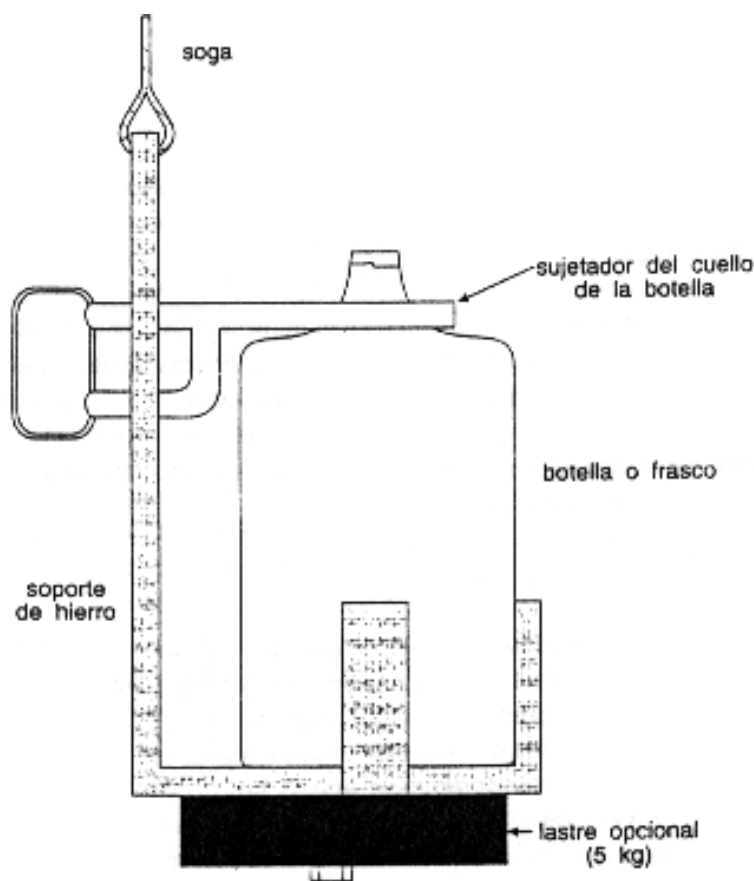
#### ***Recolectores de muestras instantáneas***

Se pueden mencionar dos tipos de equipos: aquellos utilizados para la extracción de muestras en las cuales sólo interesa la medición de componentes no volátiles y los destinados a la toma de muestras en las que se analizarán gases disueltos y componentes volátiles.

También se los puede clasificar en función de la profundidad a la cual se tomará la muestra: discretos, para el caso de muestras superficiales y de integración de profundidad para muestras profundas.

El equipo más sencillo para la toma de muestras instantáneas es el soporte de hierro, consistente en un dispositivo de aproximadamente 2,7 kg. provisto de un recipiente de 2 litros de capacidad unido al soporte por su parte superior a través de un sujetador. En la **Figura 4** se presenta un esquema del tipo de muestreador descripto.

Este equipo es apto para la toma de muestras integradas en profundidad, para lo cual el extractor deberá sumergirse hasta la profundidad deseada a una velocidad constante, retirándolo luego a una velocidad aproximadamente igual y de modo tal que la misma permita que el recipiente se llene al llegar a la superficie.



Fuente: GEMS/AGUA (1992)

**Figura 4.** Muestreador con soporte de hierro

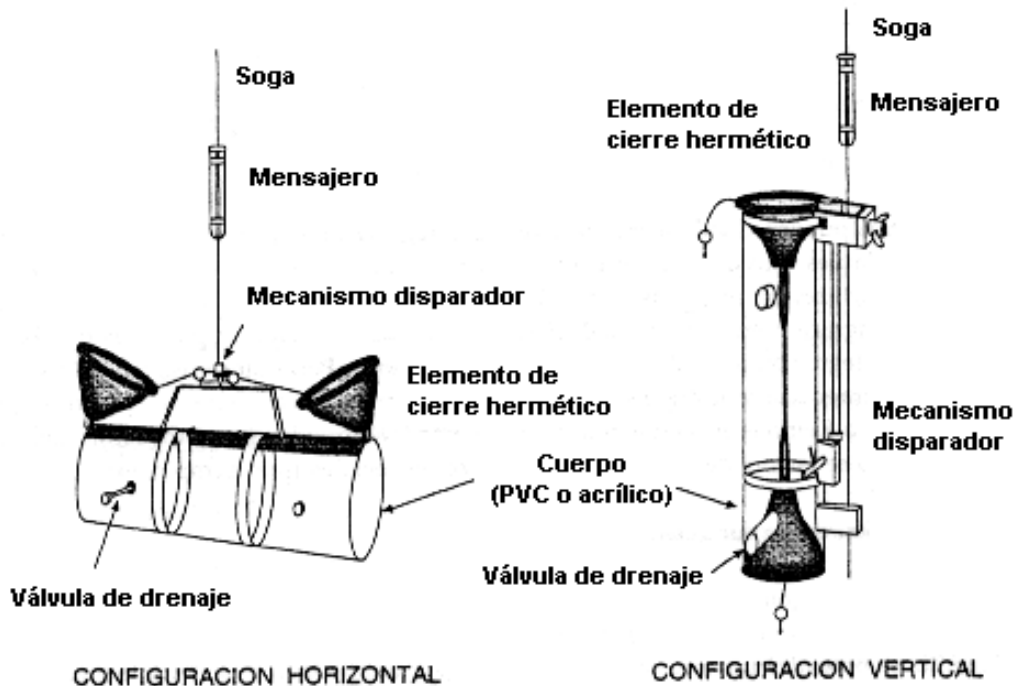
Los equipos que se utilizan para muestras discretas permiten extraerlas a una profundidad específica, siendo los más comúnmente utilizados los frascos tipo Van Dorm y Kemmerer.

#### **Muestreador tipo Van Dorm**

El muestreador tipo Van Dorm presenta un diseño que permite extraer muestras a profundidades superiores a los 2 metros, pudiendo ser de cloruro de polivinilo o acrílico si

se utiliza para muestreo general o en el caso que haya trazas de metales. En la **Figura 5** se puede observar el diseño de estos equipos que cuentan con un recipiente para alojar la muestra con una capacidad comprendida en el rango de 2 a 16 litros, juntas de goma moldeada semirígida o de plástico rígido en los extremos y una válvula de drenaje para la remoción de la muestra.

Se presenta en dos configuraciones, prefiriéndose la horizontal para extraer muestras de la interfase sedimentos/agua o para el caso que se requiera una muestra de una franja estrecha del perfil de profundidad.



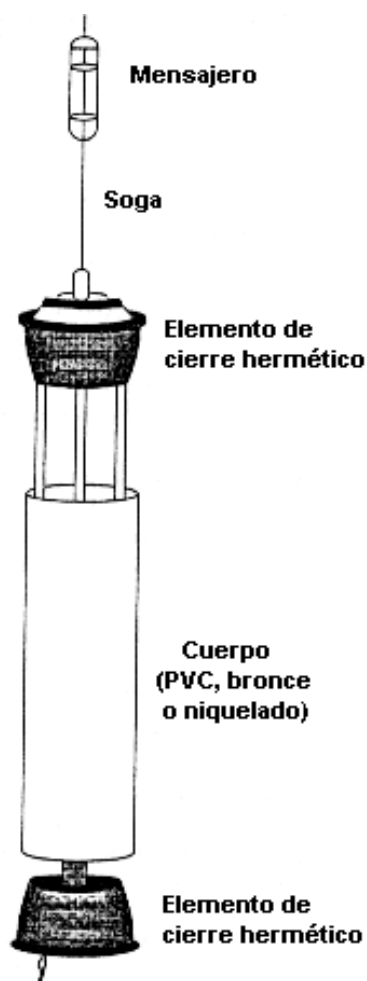
Fuente: GEMS/AGUA (1992)

**Figura 5.** Muestreador de profundidad tipo Van Dorm

Son equipos de funcionamiento sencillo, cuya secuencia puede describirse de la siguiente forma: 1) apertura de las juntas ubicadas en los extremos; 2) fijación del mecanismo disparador; 3) ubicación del equipo a la profundidad deseada; 4) activación del mensajero para lograr el cierre de los obturadores de los extremos; 4) trasvase de la muestra al recipiente correspondiente a través de la válvula de drenaje.

### **Muestreador tipo Kemmerer**

El muestreador tipo Kemmerer, tal como el que se observa en la **Figura 6** es un tipo de extractor vertical accionado por un mensajero que funciona en forma similar al Frasco Dorm. Se utiliza para tomar muestras a profundidades superiores a 1 metro y, en general están contruidos de bronce o en cloruro de polivinilo o acrílico si se pretende extraer una muestra que contiene trazas de metales, con capacidad de 0,5 a 8 litros.



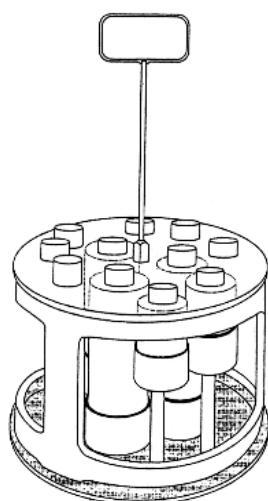
Fuente: GEMS/AGUA (1992)

**Figura 6.** Frasco Kemmerer

También pueden utilizarse los tipos de bombas de diafragma, peristálticas y rotativas, para la extracción de muestras a profundidades específicas. Sin embargo, puesto que sólo las de diafragma son manuales, la utilidad en campo resulta limitada para el caso de las bombas peristálticas y rotativas que requieren de fuente de energía.

### ***Muestreador múltiple***

Si en cambio se requiere la extracción simultánea de varias muestras en un punto determinado, puede utilizarse un muestreador múltiple, tal como el que se observa en la **Figura 7** que presenta una serie de cubetas que pueden ser de diversos tamaños de acuerdo al volumen de muestra requerido.

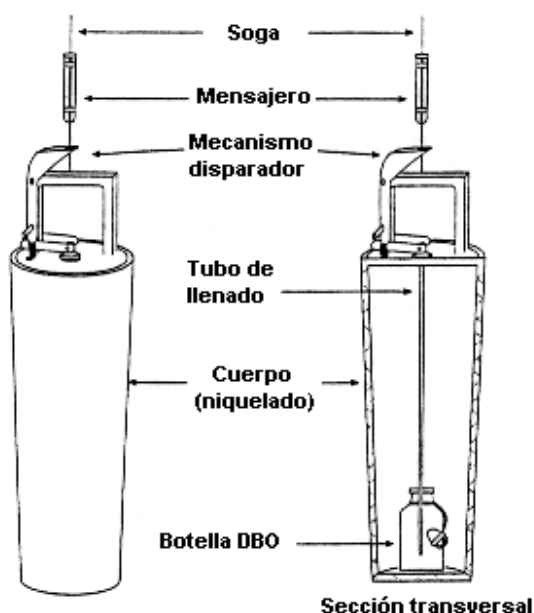


Fuente: GEMS/AGUA (1992)

**Figura 7.** Muestreador múltiple

### **Muestreador para medir OD**

Para ciertos casos puede requerirse de la utilización de equipos específicos, como por ejemplo en la extracción de muestras para la determinación de oxígeno disuelto (OD) y demanda bioquímica de oxígeno (DBO). Aquí se utilizará un equipo como el que se muestra en la **Figura 8**, que permite colocar en su interior un recipiente de boca estrecha y tapón esmerilado, comúnmente utilizado para estas técnicas, a fin de evitar que el aire quede atrapado en la muestra.



Fuente: GEMS/AGUA (1992)

**Figura 8.** Extractor de muestras para oxígeno disuelto

El procedimiento puede resumirse como sigue: 1) colocar el recipiente en el extractor y ajustar la tapa, cuidando que el tubo de llenado quede dentro del frasco de DBO; 2) introducir el equipo a la profundidad requerida y dejarlo hasta que no se vea salir aire; 3) retirar el equipo, quitar la tapa y colocar el tapón esmerilado en el frasco, verificando que no hayan quedado burbujas atrapadas en él.

## **3.2. MANEJO DE LA MUESTRA**

### **3.2.1. *Envasado y Preservación de la Muestra***

Durante el tiempo transcurrido entre la recolección de la muestra en campo y la determinación analítica en el laboratorio, pueden producirse una serie de cambios físicos y químicos en el interior del recipiente que alterarán las características originales de la muestra. Estas alteraciones pueden minimizarse a través de la aplicación de procedimientos tales como: el agregado de sustancias químicas que actúan como preservantes y la refrigeración de las muestras a 4 °C a través del uso de conservadoras con hielo para retardar las reacciones químicas y bioquímicas.

En la ¡Error! No se encuentra el origen de la referencia. se presenta un listado con los métodos que se emplean con mayor frecuencia en la preservación de las muestras. Por otra parte, en la ¡Error! No se encuentra el origen de la referencia. se presenta un esquema de cómo pueden agruparse ciertos parámetros en el mismo recipiente y con el mismo tipo de preservante. La preservación de las muestras debe realizarse “in situ”, siguiendo estrictamente las indicaciones que proveerá el laboratorio que habrá de analizarlas luego. El preservativo utilizado deberá indicarse claramente ya sea en el frasco o en la planilla de datos de campo. Un aspecto práctico que suele ser importante en el caso de que la preservación de la muestra se realice en campo, es la utilización de pipetas o dispensadores automáticos que garantizan un agregado preciso del agente químico preservante, al mismo tiempo que minimizan los riesgos que implica el pipetear ácidos y álcalis por boca.

Parámetro	Envase	Conservante	Volumen mínimo [ml]	Plazo máximo
Acidez	P ó V (B)	4° C	100	14 días
Alcalinidad	P ó V	4° C	200	14 días
Amonio	P ó V	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH:2 ; 4° C	1000	28 días
Arsénico	P	HNO <sub>3</sub> pH:2	100	6 meses
Boro	P (A) ó V (A)	No Requiere	100	6 meses
Calcio	P (A) ó V (A)	HNO <sub>3</sub> pH:2	250	6 meses
Cianuro	P ó V	NaOH pH:12 ; 4° C	1000	14 días
Cloro residual	V	No exponer a luz solar ; 4° C	500	2 hs.
Clorofila	P ó V	Oscuridad congelador	500	30 días
Cloruro	P ó V	No Requiere	100	28 días
Coliformes	P (E) ó V (E)	4° C	100	6 hs.
Color	P ó V	4° C	500	2 días
Conductividad	P ó V	4° C	250	28 días
Cromo (VI)	P (A) ó (A)	4° C	300	2 días
Cromo total	P (A) ó (A)	4° C	300	6 meses
DBO	P ó V	4° C	1000	2 días
DQO	P ó V	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH:2 ; 4° C	200	28 días
Detergentes	P (A) ó V (A)	4° C	1000	2 días
Dureza	P ó V	HNO <sub>3</sub> pH:2	100	6 meses
Fenoles	V	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> pH:2 ; 4° C	1000	28 días
Flúor	P	No Requiere	500	28 días
Fósforo hidrolizable	V	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ; pH:1,5 ; 4° C	200	7 días
Fósforo total	V	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH:1,5 ; 4° C	200	7 días
Grasas y aceites	V	HCl pH:2 ; 4° C	1000	28 días
Hierro	P (A) ó V (A)	HNO <sub>3</sub> pH:2	250	6 meses
Magnesio	P (A) ó V (A)	HNO <sub>3</sub> pH:2	250	6 meses
Hidrocarburos	V ©	HCl pH:2 ; 4° C	1000	6 meses
Manganeso	P (A) ó V (A)	HNO <sub>3</sub> pH:2	500	6 meses
Nitrato	P ó V	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH:2 ; 4° C	200	2 días
Nitrito	P ó V	4° C	250	2 días
Nitrógeno Kjeldahl	P ó V	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pH:2 ; 4° C	800	28 días
Ortofosfato soluble	V (A)	Refrigerar a 4° C	200	2 días
Oxígeno consumido	P ó V			
Oxígeno disuelto	P ó V		300	Inmediato
Ph	P ó V	4° C	100	2 hs.
Potasio	P	HNO <sub>3</sub> pH:2	100	6 meses
Residuos	P ó V	4° C	1000	7 días
Sílice	P	4° C	200	28 días
Sodio	P (A) ó V (A)	HNO <sub>3</sub> pH:2	100	6 meses
Sulfato	P ó V	4° C	500	28 días
Sulfuro	P ó V	Zn (AcO) <sub>2</sub> ; 4° C	250	28 días
Turbidez	P ó V	4° C	100	7 días

P = Plástico (tipo polietileno o similar); V = Vidrio; P (E) = Plástico Esterilizado; V (E) = Vidrio Esterilizado; P (A) = Plástico enjuagado con Acido; V (A) = Vidrio enjuagado con Acido; V (S) = Vidrio enjuagado con Solventes orgánicos; P (S)= Plástico enjuagado con Solventes orgánicos; V (C)= Vidrio color Caramelo; V (B)= Vidrio Borosilicato.

Fuente: American Public Health Association, 1981

**Tabla 3.** Preservación y plazo máximo de análisis

Envase	Preservante	Parámetro	Volumen necesario
P	4° C	Acidez Alcalinidad Color Conductividad DBO Detergentes Dureza (Ca-Mg) Nitrito Fósforo Total Ph Residuos Sílice Sulfato Turbidez	2 – 3 L
V	4° C H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> a pH 2	Amonio Carbono orgánico total DQO Fenoles Fósforo hidrolizable Grasas y aceites Nitrato N-T-Kjeldahl	3 L
P (A) ó V (A)	H NO <sub>3</sub> a pH 2	Metales en general	Variable, dependiendo del número de parámetros a realizar, aproximadamente 100 MI por cada metal.

Fuente: American Public Health Association, 1981.

**Tabla 4.** Agrupamiento de parámetros por envase y preservante

### 3.2.2. Tipo de Recipientes y su Preparación

Los recipientes suelen ser provistos por el laboratorio que realizará los análisis, debiéndose cumplir los procedimientos estandarizados que se recomiendan para su limpieza. En la *¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.* se presenta un listado de los procedimientos de limpieza y tipos de recipientes utilizados para muestras de agua.

Variables a ser analizadas		Recipiente recomendado (*)	Procedimiento para el lavado
Alcalinidad Calcio Cloruro Fluoruro Magnesio Ph	Sodio Sulfato Residuo no filtrable Potasio Arsénico	1.000 ml. polietileno	Enjuagar en este orden:  tres veces con agua corriente una vez con ácido crómico tres veces con agua corriente una vez con 1:1 ácido nítrico y tres veces con agua destilada
Nitrógeno, amoníaco Nitrógeno, nitrato y nitrito Carbono Orgánico Total Nitrógeno Total		250 ml. Polietileno	Enjuagar en este orden:  tres veces con agua corriente una vez con ácido crómico tres veces con agua corriente y tres veces con agua destilada
Fósforo Total		50 ml. Vidrio sovirel)	tres veces con agua corriente
Aluminio Cadmio Cromo Cobre Hierro	Plomo Manganeso Níquel Selenio Zinc	500-1.000 ml. Polietileno (la elección del tamaño depende de la cantidad de metales a determinar y de la cantidad de muestras requeridas).	Enjuagar en este orden:  tres veces con agua corriente una vez con ácido crómico tres veces con agua corriente una vez con 1:1 ácido nítrico y tres veces con agua destilada ultrapura
Mercurio			
Pesticidas organoclorados y PCBs  Pentaclorofenol  Compuestos fenólicos  Herbicidas fenoxiácidos		100 ml. Vidrio (ámbar) con tapa recubierta de teflón.	Enjuagar en este orden:  tres veces con agua corriente una vez con ácido crómico tres veces con agua libre de elementos orgánicos dos veces con acetona de lavado dos veces con acetona de grado especial (**) dos veces con hexano de grado pesticida y secar (destapado) en horno caliente a 360 °C durante una hora como mínimo.

(\*) Los recipientes de teflón también se pueden usar para reemplazar a los recipientes de polietileno o de vidrio.

Ácido crómico – 35 ml. De dicromato de sodio saturado ( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) por litro de ácido sulfúrico concentrado pureza reactivo ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

El ácido crómico no debe utilizarse cuando la muestra se analiza para la determinación de cromo.

El agua destilada ultrapura se obtiene haciendo pasar agua destilada primero a través de una unidad de destilación de vidrio Corning Modelo Ag-11 y luego a través de un sistema que contenga un cartucho prefiltro, un cartucho de carbón activado y un cartucho con una columna mixta de deionización.

(\*\*) Acetona de grado especial – grado pesticida cuando se hace un análisis GC, grado UV para análisis LC.

Fuente: GEMS/AGUA (1992)

**Tabla 5.** Procedimientos para el lavado y tipos de recipientes recomendados.

### **3.2.3. Rotulación y Transporte**

Es de suma importancia que al entregar una muestra al laboratorio, el frasco esté muy bien rotulado, consignando en él la siguiente información:

- Designación o localización del lugar de recolección de la muestra.
- Fecha y hora de recolección de la muestra.
- Indicación del tipo de muestra, puntual o compuesta con información apropiada de hora y volumen.
- Nombre del operador, para consultas sobre posibles anormalidades en la muestra.

Es conveniente que la solicitud de análisis llegue al laboratorio acompañada de una planilla donde se encuentren todos los datos obtenidos en campo.

El transporte de las muestras puede hacerse en conservadoras que permitan mantenerlas con hielo durante el tiempo de almacenamiento y evitando las compresiones de los envases con los consiguientes derrames. Por otra parte, las bajas temperaturas disminuyen la velocidad de reacción con lo cual se retardan los cambios químicos y biológicos en las muestras.

### **3.2.4. Manejo de Muestras Para Análisis Microbiológicos**

El estudio microbiológico de las muestras debe iniciarse inmediatamente después de realizada la toma para evitar cambios imprevisibles. Si no pueden procesarse las muestras en la hora siguiente a su toma, se guardarán en una conservadora con hielo durante el transporte al laboratorio. Si se sabe que los resultados van a ser utilizados en acciones legales, se recurrirá a un transporte especial para hacer llegar las muestras al laboratorio en menos de 6 horas y mantener una cadena de vigilancia. Asimismo se deberá prever la extracción de contramuestras con el correspondiente lacrado de los envases.

La temperatura de todas las muestras extraídas para verificar el estado de contaminación de cursos de agua, aguas potables y residuales se mantendrá por debajo de 10° C durante el transporte, que durará 6 horas como máximo. Una vez en el laboratorio, se procederá a su refrigeración y procesamiento en las 2 horas siguientes. Cuando las condiciones locales impongan retrasos de más de 6 horas en la entrega de las muestras, se considerará la conveniencia de hacer estudios de campo instalando equipos de laboratorio en el lugar de la toma o recurrir a procedimientos de incubación retardada.

Desafortunadamente, rara vez pueden cumplirse estos requisitos cuando se trata de muestras aisladas de agua potable que se envían directamente al laboratorio por encomienda, autobús, etc.; en cualquier caso, el tiempo transcurrido entre la toma y el estudio no debe superar las 24 horas. Cuando no sea posible refrigerar muestras aisladas de aguas enviadas por correo, utilícese una botella de muestras isotérmica que pueda esterilizarse. Regístrese el tiempo y la temperatura de almacenamiento de todas las muestras, datos que deberán tenerse en cuenta a la hora de interpretar los resultados.

### **3.2.5. Procedimientos de Control y Aseguramiento de la Calidad en Campo: Cadena de Custodia**

El proceso de Aseguramiento de la Calidad (QA) en campo es un proceso sistemático que, junto con los programas de Garantía de la Calidad del laboratorio y de manejo de los datos obtenidos, permite asegurar que los datos y las decisiones basadas en ellos son válidos desde el punto de vista técnico y estadístico y además, debidamente documentados.

El primer eslabón en el procedimiento de obtención de los datos en relación con el análisis de la muestra estará vinculado a las técnicas de muestreo empleadas, por lo cual se deberán cumplir una serie de pasos, procedimientos y prácticas para asegurar la validez de las actividades de muestreo. Dentro de las medidas generales deberá verificarse que todos los equipos, aparatos e instrumentos se encuentren limpios y en condiciones óptimas de funcionamiento; que se apliquen en campo metodologías estandarizadas y aprobadas; y además, que se lleven los registros de todas las operaciones efectuadas y de los incidentes que puedan afectar el resultado del estudio.

Por otra parte deberán tomarse las precauciones necesarias para evitar la contaminación y el deterioro de las muestras, para lo cual se aplicarán algunas de las siguientes medidas:

- Las mediciones en campo se realizarán en una submuestra separada de la que se envía al laboratorio.
- Los recipientes utilizados deben ser los recomendados para cada determinación y limpiarse de acuerdo con los procedimientos establecidos (¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.).
- Los preservantes agregados deben ser de calidad analítica.
- Los recipientes deben guardarse en un ambiente limpio, libre de polvo o gases, en este sentido los vehículos también deben mantenerse limpios.
- Los recipientes esterilizados deben mantenerse en dicho estado hasta la recolección de las muestras, de modo que si se produce el deterioro del papel o de la tapa, el mismo debe descartarse
- Nunca debe medirse la conductancia específica en agua que haya sido utilizada con anterioridad para la medición de Ph, ya que el cloruro de potasio que se difunde desde el electrodo altera la conductividad de la muestra.

Finalmente será necesario incorporar al programa, el control de calidad, que requiere la presentación de blancos y muestras duplicadas para detectar errores introducidos por la pureza de los preservantes, contaminación de los recipientes o de cualquier otro equipo o material empleado en la recolección y manipuleo de la muestra, así como para encontrar errores sistemáticos introducidos desde el muestreo hasta el momento del análisis.

Los procedimientos de cadena de custodia deben estar especificados en el programa de muestreo e implican la posesión de las muestras desde el tiempo en que se obtienen hasta que se envían hacia el laboratorio para su análisis, asegurando que se mantiene la integridad de las mismas durante todo este tiempo. Aunque la cadena de custodia es necesaria para el caso de litigios, los procedimientos aplicados resultan de gran utilidad para un control rutinario del flujo de muestras.

Se considera que una muestra está bajo custodia si se cumplen las siguientes condiciones:

- Se encuentra en posesión física de una persona.
- Se encuentra a la vista de la persona luego de su posesión.
- Es resguardada por la persona, de modo que no pueda ser manipulada, o bien es resguardada por la persona en un área restringida a personal autorizado.

El personal seleccionado para tener la custodia de las muestras deberá cumplir con una serie de procedimientos:

**Etiquetado de la muestra:** el etiquetado es necesario para prevenir errores en la identificación de las muestras. Se utilizará papel engomado o etiquetas que tendrán que incluir como mínimo el número de muestra, nombre de la persona que recogió la muestra, fecha y hora de recolección, lugar de la toma de muestra.

**Precintado de la muestra:** se utiliza para la detección de irregularidades producidas desde la toma de muestra hasta el momento del análisis. El precinto deberá contener como mínimo el número de muestra, nombre de la persona que recogió la muestra, fecha y hora de recolección, lugar de la toma de muestra. El precinto deberá colocarse antes de abandonar la custodia por parte del personal de muestreo, de modo tal que sea necesario romperlo para abrir el recipiente de la muestra.

**Libreta de registros de campo:** servirá para registrar toda la información pertinente referente a las actividades en campo. Es recomendable recoger la siguiente información: ubicación del punto de muestreo y metodología empleada, fecha y hora de recolección, número de identificación del muestreador, distribución de la muestra y forma de transporte, referencias geográficas del sitio de muestreo (fotografías, mapas, etc.), observaciones de campo, las mediciones que se hayan realizado en campo, firma de las personas responsables de las observaciones. Puesto que las situaciones de muestreo varían ampliamente, no existe una regla que especifique el alcance de la información a recoger, sin embargo, se requerirá de los datos suficientes como para que cualquier persona pueda reconstruir el muestreo sin necesidad de recurrir a la memoria del operario que tomó la muestra. El registro que acompaña a cada muestra será necesario para establecer su ubicación y tendrá la siguiente información: número de muestra, firma del recolector de la muestra, fecha y hora de recolección, ubicación del punto de muestreo, tipo de muestra, firma de las personas involucradas en la cadena de custodia.

**Registro de cadena de custodia:** Los registros estarán numerados en forma consecutiva y contener la siguiente información: número de muestra, firma del operador que recolectó la muestra, fecha, hora y lugar de recolección, tipo de muestra y firma de las personas involucradas en la cadena de posesión.

**Formulario de petición de análisis de la muestra:** Este formulario acompaña la muestra al laboratorio y consta de dos partes: una que corresponde a la información de campo y que incluye la mayoría de la información de la libreta de campo, y una segunda parte que incluye la información del laboratorio referente al número de muestra, nombre de la persona que recibe la muestra, fecha de recepción y determinaciones analíticas a realizar.

**Recepción y registro de la muestra:** En el laboratorio el custodio que recibe la muestra tiene la responsabilidad de inspeccionarla para verificar que no haya pérdidas en el recipiente, o que el precinto no se encuentre dañado, ya que esto puede significar un manipuleo de la muestra, que implicará el descarte de la misma. Además deberá cotejar los datos de la etiqueta y el precinto con la información del registro de cadena de custodia, asignar un número de laboratorio, registrar la muestra en el libro de registros del laboratorio y almacenar la muestra en un lugar adecuado hasta que se asigne para su análisis.

**Asignación de la muestra para su análisis:** Una vez que la muestra ingresa en el laboratorio, el supervisor de laboratorio es el responsable del cuidado y custodia de la muestra, siendo además la persona encargada de asignar la muestra para su análisis.

## **4. TÉCNICAS ANALÍTICAS**

La **Tabla 6** resume las técnicas analíticas que utiliza un laboratorio de la planta potabilizadora con mayor frecuencia, incluyendo los materiales básicos requeridos para llevar a cabo las determinaciones y los valores extremos habitualmente registrados en análisis de agua.

Se han incluido las soluciones empleadas y las cantidades de reactivo necesarias para prepararlas de modo que pueda tenerse una idea de los requerimientos mínimos de drogas para implementar la técnica. Sin embargo, los aspectos referidos a la forma de preparación de las soluciones así como el procedimiento a seguir en la técnica analítica y los métodos de cálculo de resultados deberán consultarse en las referencias citadas al final del capítulo. Algunas de estas referencias, como por ejemplo los Standard Methods for the Analysis of Water and Wastewater son revisadas con frecuencia, generándose así nuevas ediciones en forma periódica.

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
<b>ACIDEZ</b>	<b>POTENCIOMETRICO</b> Este método es aplicable a todo tipo de aguas.	<b>APARATOS</b> pHmetro Agitador magnético Material de vidrio común <b>REACTIVOS</b> Ftalato ácido de potasio 0,01 N Hidróxido de sodio 1 N Hidróxido de sodio 0,02 N	50,0 - 200 mg.CaCO <sub>3</sub> /L
ALCALINIDAD A LA FENOLFTALEINA	POTENCIOMETRICO El método es aplicable a aguas superficiales, subterráneas y salinas, de distinto tipo.	APARATOS pHmetro Agitador magnético Material de vidrio común  RECTIVOS Solución de ácido sulfúrico 0,2 N Solución titulante de ácido sulfúrico 0,01 N	0 - 100 mg CaCO <sub>3</sub> /L
ALCALINIDAD TOTAL	POTENCIOMETRICO El método es aplicable a aguas superficiales, subterráneas y salinas, de distinto tipo.	APARATOS pHmetro Agitador magnético Material de vidrio común  REACTIVOS Solución de ácido sulfúrico 0,2 N Solución titulante de ácido sulfúrico 0,01 N	1,00 - 500 mg CaCO <sub>3</sub> / L
AMONIACO	METODO DEL FENATO El método es aplicable a aguas superficiales y subterráneas.	APARATOS Espectrofotómetro, para usar en 630 nm y con paso de luz de 5 cm. Material de vidrio lavado con solución de ácido clorhídrico 50% y enjuagado con agua libre de amoníaco.	- 5,0 mg/ L N-HN <sub>3</sub>

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
		<p><b>REACTIVOS</b>                      Agua libre de amoníaco preparada por el método de destilación.  <i>Solución oxidante:</i> preparada con citrato sódico (20 g) en agua destilada, hidróxido de sodio (1 g) enrasada a 100 MI y adicionada con agua lavandina comercial (20 MI).  <i>Solución alcohólica de fenol:</i> fenol (10 g) en alcohol etílico 95° enrasado a 100 MI.  <i>Solución de nitroprusiato sódico:</i> nitroprusiato sódico (0,5) g con agua destilada enrasada a 100 MI.  <i>Solución patrón de amoníaco:</i> cloruro de amonio anhidro 381,9 mg en agua libre de amoníaco enrasado a 1000 MI. Esta solución contiene 100 µg de N-NH<sub>3</sub> / 1,00 MI.  <i>Solución estándar de amoníaco:</i> 5,00 MI de solución patrón de amoníaco enrasada a 1000 MI con agua libre de amoníaco. Esta solución contiene 0,500 µg N-NH<sub>3</sub> / 1,00 MI.  <i>Solución de sulfato de cinc:</i> sulfato de cinc heptahidratado (100 g) enrasado a 1 litro con agua destilada libre de amoníaco.</p>	
	<p><b>METODO DE NESSLERIZACION (2)</b>                      El método es aplicable para todo tipo de aguas de escaso color y turbidez.</p>	<p><b>APARATOS</b>                      Espectrofotómetro                      Tubos de Nessler de 50 MI                      pHmetro con electrodo de lato Ph                      Material de vidrio común</p> <p><b>REACTIVOS</b>  <i>Sulfato de Cinc:</i> Sulfato de Cinc heptahidratado (100 g) en 1 L de agua.  <i>Hidróxido de sodio 6 N</i>  <i>EDTA:</i> sal disódica del ácido etilendiamino tetracético (50 g) en 60 MI de agua conteniendo hidróxido de sodio (10 g) y enrasado a 100 MI.  <i>Rectivo de Nessler:</i> ioduro mercúrico (100 g) y ioduro de potasio (70 g) en una pequeña cantidad de agua y adicionado a una solución de hidróxido de sodio (160 g en 500 MI de agua).  <i>Solución stock de amoníaco:</i> NH<sub>4</sub>Cl anhidro (3,819 g) en 1 L de agua.  <i>Solución estándar de amoníaco:</i> solución stock de amoníaco (10 MI) a 1 L de agua. Esta solución contiene 0,01 mg/MI de N-NH<sub>3</sub> y 0,0122 mg/MI de HN<sub>3</sub>.</p>	- 5,0 mg/L NH <sub>3</sub> /L

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
ARSENICO	METODO DEL DIETILDITIO CARBAMATO DE PLATA Este método es aplicable en aguas superficiales, subterráneas y efluentes industriales y domésticos.	<p>APARATOS</p> <p>Equipo generador de arsina</p> <p>Espectrofotómetro</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Acido clorhídrico concentrado</i></p> <p><i>Solución de ioduro de potasio 15%:</i> ioduro de potasio (15 g) en 100 ml de agua destilada.</p> <p><i>Solución de cloruro estannoso:</i> cloruro estannoso dihidratado (40 g) en 100 MI de ácido clorhídrico concentrado.</p> <p><i>Solución de dietilditio carbamato de plata:</i> efedrina (410 mg) en 200 MI con cloroformo.</p> <p><i>Solución stock de arsénico:</i> trióxido de arsénico (1,320 g) en 10 MI de agua destilada. Esta solución contiene 1,00 mg As/MI.</p> <p><i>Solución intermedia de arsénico:</i> solución stock (5 MI) a 500 MI con agua destilada. Esta solución contiene 10,0 µg As/MI.</p> <p><i>Solución estándar de arsénico:</i> solución intermedia (10 MI) a 100 MI con agua destilada. Esta solución contiene 1,00 µg As/MI.</p> <p><i>Solución de acetato de plomo:</i> acetato de plomo trihidratado (10 g) en 100 MI de agua destilada.</p> <p><i>Cinc metálico:</i> 20 a 30 granallas, libre de arsénico.</p>	0,004 - 0,100 mg/L As
CALCIO	TITULOMETRICO El método es aplicable en agua superficiales, subterráneas y efluentes de distinto tipo.	<p>APARATOS</p> <p>Buretas de 25 MI.</p> <p>Erlenmeyer de 250 MI</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Hidróxido de sodio, 1 N</i></p> <p><i>Indicador:</i> azul negro de eriocromo R (200 mg) y de cloruro de sodio sólido (100 g), de malla 40 ó 50.</p> <p><i>Solución estándar de titulante, EDTA 0,01 M:</i> etilendiamino tetraacetato disódico deshidratado(3,723 g), a 1000 MI con agua destilada.</p>	5,0 - 500 mg/L Ca

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
COLOR	METODO POR COMPARACION VISUAL El método es aplicable a aguas cuyo color provenga de sustancias naturales.	<p>APARATOS</p> <p>Tubos de Nessler de 50 MI.</p> <p>Material de vidrio común.</p> <p>REACTIVOS</p> <p>Solución stock de cloroplatinato, <i>500 unidades de color</i>: cloroplatinato de potasio (1,246 g) y cloruro cobaltoso hexahidratado (1 g) en agua destilada conteniendo ácido clorhídrico concentrado (100 MI) enrasado a 1000 MI con agua destilada.</p> <p><i>Solución estándar de color</i>: estándares que tengan color en el rango de 5 a 70 por dilución de la solución stock.</p>	5,0 - 100 u.c.
CONDUCTIVIDAD	ELECTROMETRICO El método es aplicable a todo tipo de aguas	<p>APARATOS</p> <p>Conductímetro</p> <p>REACTIVOS</p> <p>Soluciones estándar en el rango de conductividades de 120 a 50460 <math>\mu</math>S con KCl (0,06084 a 31,7667 g/L)</p>	10 - 3000 $\mu$ mho / cm
DUREZA TOTAL	TITULOMETRICO El método es aplicable en aguas superficiales, subterráneas y efluentes industriales y domésticos.	<p>APARATOS</p> <p>Erlenmeyer 250 MI</p> <p>Buretas de 25 MI</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Solución buffer</i>: cloruro de amonio (16,9 g) en de hidróxido de amonio concentrado (143 MI); sal de magnesio (1,25 g) del EDTA; enrasar a 250 MI con agua destilada.</p> <p><i>Indicador</i> una de estas dos soluciones: negro de eriocromo T (0,5 g) con clorhidrato de hidroxilamina (4,5 g). en alcohol etílico (100 MI) o isopropílico al 95%. negro de eriocromo T (0,5 g) con cloruro de sodio (100 g).</p> <p><i>Solución titulante de EDTA 0,01 M</i>: etilendiamino tetraacetato disódico dihidratado (3,723 g) en agua destilada enrasado a 1000 MI</p>	2,5 - 5000 mg / L Dureza

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
FLUOR	<p>METODO DEL SPANDS</p> <p>El método es aplicable en aguas superficiales, subterráneas y efluentes de distinto tipo.</p>	<p>APARATOS</p> <p>Espectrofotómetro</p> <p>Tubos de Nessler de 50 MI</p> <p>Aparato de destilación</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Solución stock de fluoruro:</i> fluoruro de sodio anhidro (221,0 mg) en agua destilada y enrasado en 1000 MI. Esta solución contiene 100 µg F/MI.</p> <p><i>Solución estándar de fluoruro:</i> solución stock (100 MI) a 1000 MI con agua destilada. Esta solución contiene 10 µg F/MI.</p> <p><i>Solución de SPANDS:</i> disolver 958 mg de SPANDS (2-(para sulfenilazo) – 1,8 – dihidroxi – 3,6 naftalen disulfonato de sodio) en agua destilada y llevar a 500 MI.</p> <p><i>Reactivo zirconilo-ácido:</i> cloruro de zirconilo octahidratado(133 mg) en agua destilada (25 MI), añadir ácido clorhídrico concentrado (350 MI) y llevar a 500 MI con agua destilada.</p> <p><i>Reactivo zirconilo-ácido-SPANDS:</i> mezclar partes iguales de reactivo zirconilo y SPANDS.</p> <p><i>Solución de arsenito de sodio:</i> arsenito de sodio (5,0 g) en agua destilada llevar a 1000 MI.</p> <p><i>Solución de referencia:</i> 10 MI de solución de SPANDS en 100 MI de agua destilada. Acido clorhídrico concentrado (7 MI) llevar a 10 MI con agua destilada y agregarlo a la solución anterior.</p> <p><i>Acido sulfúrico concentrado.</i></p> <p><i>Sulfato de plata:</i> Cristales.</p>	0,00 - 2,00 mg / L F
FOSFORO HIDROLIZABLE	<p>METODO DEL ACIDO ASCORBICO</p> <p>Este método es aplicable de idéntica manera que el método de fósforo de ortofosfato.</p>	<p>APARATOS</p> <p>Espectrofotómetro</p> <p>Planchas calefactoras</p> <p>Tubos de Nessler de 50 MI</p> <p>Material de vidrio común</p>	0,01 - 10,0 mg/L P-H

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
		<p><b>REACTIVOS</b>  <i>Solución stock de fosfato:</i> fosfato diácido de potasio anhidro (219,5 mg) en agua destilada y llevar a 1 L. Esta solución contiene 50 µg P/MI.  <i>Solución intermedia de fosfato:</i> solución stock (100 MI) llevar a 1000 MI con agua destilada. Esta solución contiene 5 µg P/MI.  <i>Solución estándar de fosfato:</i> solución stock (20 MI) llevar a 1000 MI con agua destilada. Esta solución contiene 1 µg P/MI.  <i>Solución de ácido sulfúrico 5 N:</i> ácido sulfúrico conc. (70 MI) llevar a 500 MI con agua destilada.  <i>Solución de tartrato de antimonil-potasio hemihidratado:</i> tartrato de antimonil-potasio hemihidratado (1,3715 g) en 400 MI de agua destilada y llevar a 500 MI.  <i>Solución de molibdato de amonio:</i> molibdato de amonio tetrahidratado (20 g) en 500 MI de agua destilada.  <i>Solución de ácido ascórbico 0,01 M:</i> ácido ascórbico (1,76 g) en 100 MI de agua destilada.  <i>Reactivo combinado:</i> para obtener reactivo combinado (100 MI), se requieren los siguientes reactivos: solución de sulfúrico (50 MI), tartrato de antimonil-potasio (5 MI), solución de molibdato (15 MI) y de ácido ascórbico (30 MI).  <i>Fenolftaleína:</i> solución alcohólica  <i>Solución ácida fuerte:</i> ácido sulfúrico concentrado (300 MI) en agua destilada (600 MI) agregar ácido nítrico concentrado (4 MI) llevar a 1000 MI.</p>	
FOSFORO TOTAL	METODO DEL ACIDO ASCORBICO Este método es aplicable para todo tipo de aguas de forma similar al ortofosfato.	<p><b>APARATOS</b>  Idem para fósforo hidrolizable</p> <p><b>REACTIVOS</b>  <i>Solución stock de fosfato:</i> Idem fósforo hidrolizable  <i>Solución intermedia de fosfato:</i> Idem fósforo hidrolizable  <i>Solución estándar de fosfato :</i> Idem fósforo hidrolizable  <i>Solución de ácido sulfúrico 5 N:</i> Idem fósforo hidrolizable  <i>Solución de tartrato de antimonil-potasio hemihidratado :</i> Idem fósforo hidrolizable  <i>Solución de molibdato de amonio :</i> Idem fósforo hidrolizable  <i>Solución de ácido ascórbico 0,01 M :</i> Idem fósforo hidrolizable  <i>Reactivo combinado:</i> Idem fósforo hidrolizable  <i>Fenolftaleína :</i> Idem fósforo hidrolizable</p>	0,011 - 10,0 mg/L P-T

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
		<p><i>Acido Sulfúrico 30%:</i> ácido sulfúrico concentrado (300 MI) en agua destilada (600 MI) llevar a 1000 MI.</p> <p><i>Persulfato de Amonio:</i> sólido</p>	
MAGNESIO	<p>METODO POR CALCULO</p> <p>El método es aplicable a todo tipo de aguas.</p>	<p>APARATOS</p> <p>Erlenmeyer 250 MI</p> <p>Buretas de 25 MI</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Hidróxido de sodio, 1 N:</i> Idem técnica de Calcio.</p> <p><i>Indicador I:</i> Idem técnica de Calcio.</p> <p><i>Solución estándar de titulante, EDTA 0,01 M:</i> Idem técnica de Calcio y Dureza.</p> <p><i>Solución buffer:</i> Idem técnica de Dureza Total.</p> <p><i>Indicador II:</i> Idem técnica de Dureza Total.</p>	– 100 mg /L Mg
NITRATO	<p>METODO DEL SALICILATO</p> <p>El método es aplicable en aguas superficiales, subterráneas y efluentes de distinto tipo.</p>	<p>APARATOS</p> <p>Baño de agua termostatzado o estufa regulable a 70 – 75° C</p> <p>Espectrofotómetro</p> <p>Cápsulas de porcelana de 100 MI</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Solución de salicilato de sodio:</i> salicilato de sodio (0,5 g) en 100 MI de agua destilada.</p> <p><i>Solución de hidróxido de sodio:</i> hidróxido de sodio (25 g) en agua destilada y llevar a 100 MI.</p> <p><i>Acido sulfúrico concentrado.</i></p> <p><i>Solución stock de nitrato:</i> nitrato de potasio (0,722 g) en agua destilada y llevado a 1000 MI. Esta solución contiene 100 µg N/MI.</p> <p><i>Solución estándar de nitrato:</i> solución stock (20 MI) llevada a 1000 MI con agua destilada. Esta solución contiene 2,0 µg N/MI.</p>	0,01 - 25 mg /L N-NO <sub>3</sub>

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
NITRITO	METODO DE LA SULFANILAMIDA El método es aplicable en aguas superficiales, subterráneas y efluentes de distinto tipo.	<p>APARATOS</p> <p>Espectrofotómetro</p> <p>Tubos de Nessler de 50 MI</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Sulfanilamida</i>: sulfanilamida (5 g) en una mezcla de ácido clorhídrico concentrado (50 MI) y agua destilada (300 MI), llevar a 500 MI con agua destilada.</p> <p><i>Clorhidrato de N-(1-naftil)-etilen diamina</i>: clorhidrato de N-(1-naftil)-etilen diamina (500 mg) en agua destilada (500 MI).</p> <p><i>Solución stock de nitrito</i>: nitrito de sodio (1,232 g) en agua destilada y llevar a 1000 MI. Esta solución contiene 250 µg N/MI. Preservar con 1 MI de cloroformo.</p> <p><i>Solución intermedia de nitrito</i>: solución stock para preparar una solución de 50 µg N/MI.</p> <p><i>Solución estándar de nitrito</i>: solución intermedia (10 MI) a 1000 MI con agua destilada. Esta solución contiene 0,5 µg N/MI.</p>	0,001 - 25,0 mg/L N-NO <sub>2</sub>
OXIGENO DISUELTO	METODO DE WINKLER – MODIFICACION DE LA AZIDA El método es aplicable en aguas superficiales, subterráneas y efluentes de todo tipo.	<p>APARATOS</p> <p>Frascos: especiales para la determinación de oxígeno disuelto</p> <p>Buretas de 25 MI</p> <p>Material de vidrio común.</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Sulfato de manganeso</i>: sulfato de manganeso tetrahidratado (480 g), sulfato de manganeso dihidratado (400 g) ó sulfato de manganeso monohidratado (364 g) en agua destilada, llevar a 1000 MI</p> <p><i>Solución de ioduro alcalino azida</i>: azida sódica (10 g) en 500 MI de agua destilada, agregar hidróxido de sodio (480 g) y ioduro de sodio (750 g).</p> <p><i>Acido sulfúrico concentrado</i>.</p> <p><i>Solución de almidón</i>: almidón soluble (2 g) y ácido salicílico (0,2 g), como conservador, en 100 MI de agua destilada.</p> <p><i>Solución de tiosulfato 0,025 N</i>: tiosulfato de sodio pentahidratado (6,205 g) en agua destilada, añadir hidróxido de sodio 6 N (1,5 MI) ó de hidróxido de sodio sólido (0,4 g), llevar a 1000 MI.</p> <p><i>Fluoruro de potasio</i>: fluoruro de potasio dihidratado (40 g) en agua destilada y llevar a 100 MI.</p>	- 12 mg O <sub>2</sub> /L

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
	METODO ELECTROMETRICO El electrodo de membrana de tipo polarográfico se utiliza para medir O.D. en lagos y reservorios, cursos superficiales y efluentes industriales.	<p>APARATOS</p> <p>pHmetro</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Solución buffer de Ph 4,008:</i> biftalato de potasio (10,12 g) en agua destilada y llevar a 1000 MI.</p> <p><i>Solución buffer de Ph 6,865:</i> fosfato diácido de potasio (3,388 g) y fosfato ácido disódico (3,533 g) y llevar a 1000 MI con agua destilada.</p> <p><i>Solución buffer de Ph 10,012:</i> bicarbonato de sodio (2,092 g) y de carbonato de sodio (2,640 g) en agua destilada y llevar a 1000 MI.</p>	- 12 mg O <sub>2</sub> /L
pH	METODO ELECTROMETRICO El método es aplicable a aguas en todo el rango de Ph.	<p>APARATOS</p> <p>pHmetro</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Solución buffer de Ph 4,008:</i> biftalato de potasio (10,12 g) en agua destilada y llevar a 1000 MI.</p> <p><i>Solución buffer de Ph 6,865:</i> fosfato diácido de potasio (3,388 g) y fosfato ácido disódico (3,533 g), llevar a 1000 MI con agua destilada.</p> <p><i>Solución buffer de Ph 10,012:</i> bicarbonato de sodio (2,092 g) y carbonato de sodio (2,640 g) llevar a 1000 MI con agua destilada</p>	: 3 - 9 U de Ph
SULFURO	METODO DEL AZUL DE METILENO Este método es aplicable a todo tipo de aguas pero generalmente se utiliza para concentraciones menores de 20 mg/L.	<p>APARATOS</p> <p>Tubos de ensayo con tapa esmerilada</p> <p>Espectrofotómetro</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Solución stock amino-sulfúrica:</i> N N-dimetil-p-fenilendia – mino oxalato (27 g), en una solución fría de ácido sulfúrico concentrado (50 MI) y agua destilada (20 MI).</p> <p><i>Solución estándar amino-sulfúrica:</i> solución stock amino-sulfúrica (5 MI) con ácido sulfúrico 1 + 1 (975 MI).</p> <p><i>Solución de cloruro férrico:</i> cloruro férrico hexahidratado (100 g) en de agua destilada (40 MI).</p> <p><i>Acido sulfúrico 1 + 1.</i></p>	No hay datos

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
		<i>Solución de fosfato de amonio:</i> fosfato monoácido de amonio (400 g) en agua destilada (800 MI).	
TEMPERATURA	TERMOMETRO Este método es aplicable a todo tipo de aguas.	APARATO  Termómetro de respuesta rápida con divisiones de 0,5° C por lo menos. Para mediciones en profundidad se utilizarán termistores o termómetros de inversión.	0 - 30 ° C
TRANSPARENCIA	El método es aplicable para la medición de transparencia in situ	APARATO Disco Secchi	No hay datos
TURBIDEZ	NEFELOMETRICO El método es aplicable a todo tipo de aguas.	APARATOS Turbidímetro  REACTIVOS <i>Agua libre de turbidez:</i> Pasar agua destilada a través de un filtro de membrana que tenga un tamaño de poro no mayor a 100 um. <i>Solución I:</i> sulfato de hidracina (1,00 g) en agua destilada y llevado a 100 MI. <i>Solución II:</i> hexametilentetramina (10,00 g), en agua destilada y llevado a 100 MI. <i>Suspensión sotck para turbidez:</i> En un matraz de 100 MI, mezclar solución I (5,0 MI) con solución II (5,0 MI). Dejar estar 24 hs. A $25 \pm 3^{\circ}$ C, luego enrasar y mezclar. La turbidez de esta suspensión es 400 NTU. <i>Suspensión estándar para turbidez:</i> suspensión sotck de turbidez (10,00 MI) llevar a 100 MI con agua libre de turbidez. La turbidez de esta suspensión se define como 40 NTU. <i>Estándar de turbidez diluidos:</i> Diluir porciones de la suspensión estándar con agua libre de turbidez.	0 - 1.000 UNT
SOLIDOS TOTALES Y VOLATILES	GRAVIMÉTRICO El método para sólidos totales es aplicable a la determinación del porcentual de residuo en sedimentos y otras muestras sólidas. En el caso de volátiles el parámetro es un estimador de aquellos compuestos inorgánicos y orgánicos, los cuales se pierden al ser calcinados a $550 \pm 50^{\circ}$ C.	APARATOS Estufa de secado Desecador Cápsulas de porcelana Mufla	No hay datos

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
COLIFORMES	<p>METODO DE LOS TUBOS MULTIPLES</p> <p>En este método se determina la concentración de bacterias coliformes del agua tomando en cuenta el número de tubos que acusan resultados positivos.</p>	<p>APARATOS</p> <p>Incubadoras para <math>35 \pm 0,5^{\circ} \text{C}</math> y <math>44,5 \pm 0,2^{\circ} \text{C}</math></p> <p>Autoclave</p> <p>Estufa de esterilización</p> <p>Tubos de ensayo</p> <p>Material de vidrio común</p> <p>REACTIVOS</p> <p><i>Caldo Mac Conkey deshidratado</i></p> <p><i>Agua de dilución-buffer fosfato Ph 7,2::</i> fosfato monoácido de potasio (3 g) y fosfato diácido de potasio (1 g) llevar a 1 L con agua destilada.</p>	Los resultados expresados como NMP no contendrán más de dos cifras significativas.
	<p>METODO DEL FILTRO DE MEMBRANA</p> <p>En este método se determina la concentración de bacterias coliformes del agua tomando en cuenta el número de colonias bacterianas desarrollado sobre la membrana utilizada para filtrar una muestra de agua de volumen conocido. El grupo coliforme se caracteriza por estar formado por bacterias aerobias y anaerobias facultativas, gramnegativas, no esporuladas y de forma alargada, que desarrollan una colonia roja con un brillo metálico en un medio tipo Endo que contenga lactosa tras una incubación de 24 horas a <math>35^{\circ} \text{C}</math></p>	<p>APARATOS/INSTRUMENTOS</p> <p>Frascos de muestra</p> <p>Frascos de dilución</p> <p>Pipetas y probetas graduadas</p> <p>Envases del medio de cultivo: matraces de vidrio borosilicato limpios y preesterilizados y erlenmeyer de tapones metálicos.</p> <p><i>Placas de cultivo:</i> placas estériles de vidrio borosilicato o descartables de tipo Petri de 60 x 15,50 x 12 mm u otro tamaño adecuado. También pueden utilizarse placas de plástico estériles descartables.</p> <p><i>Unidades de filtración:</i> Equipo de soporte del filtro (fabricado en vidrio, plástico resistente al autoclave, porcelana o acero inoxidable) consiste en un embudo sin juntas, unido a una base por un artefacto de cierre o mantenido en su lugar mediante una fuerza magnética</p> <p>Filtros de membrana preesterilizados</p> <p><i>Almohadillas absorbentes:</i> discos de papel de filtro u otro material garantizado por el fabricante en lo que se refiere a la alta calidad y a la ausencia de sulfitos u otras sustancias que puedan inhibir el crecimiento bacteriano. Utilícese almohadillas de 48 mm de diámetro y un grosor suficiente para absorber 1,8-2,2 MI de medio</p> <p><i>Pinzas:</i> Pinzas sin dientes</p> <p>Incubadoras: para una temperatura de <math>35 \pm 0,5^{\circ} \text{C}</math> que mantengan una humedad elevada (alrededor de un 90% de humedad relativa).</p> <p>Microscopio y fuente de luz: Lupa de 10 a 15 aumentos y fuente de luz fluorescente fría ajustada para que dé un discernimiento máximo del brillo. Lo</p>	

Parámetro	Método	Materiales	Valores extremos probables (1)
		<p>mejor es emplear una lupa estereoscópica binocular de campo amplio.</p> <p><b>REACTIVOS</b></p> <p><i>Agar LES Endo:</i></p> <p>Extracto de levadura Casitona o tripticasa Tiopeptona o tiotona Tryptosa Lactosa Fosfato de hidrógeno dipotasio, <math>K_2HPO_4</math> Fosfato de hidrógeno potasio, <math>KH_2PO_4</math> Cloruro de sodio, NaCl Desoxicolato de sodio Lauril sulfato de sodio Sulfito de sodio, <math>Na_2SO_3</math> Fuscina básica Agar Agua destilada</p> <p><i>Medio M-Endo</i></p> <p>Tryptosa o polipeptona Tiopeptona o tiotona Casitona o tripcasa Extracto levadura de Lactosa Cloruro de sodio, NaCl Fosfato de hidrógeno dipotasio, <math>K_2HPO_4</math> Fosfato de hidrógeno potasio, <math>KH_2PO_4</math> Lauril de sodio Desoxicolato de sodio Sulfito de sodio, <math>Na_2SO_3</math> Fuscina básica Agar Agua destilada</p>	

**Notas:** (1) Ante resultados fuera de estos límites es conveniente verificar la metodología utilizada desde la recolección de la muestra hasta la obtención del resultado.

**Tabla 6.** Técnicas analíticas de agua frecuentemente empleadas en el laboratorio

## 5. GENERACIÓN, PROCESAMIENTO Y REGISTRO DE DATOS

El comienzo del funcionamiento del laboratorio analítico, generalmente requiere el cumplimiento de una serie de etapas que irán inscribiendo progresivamente las actividades mismo en su programa de Garantía de la Calidad, el cual se describirá en la sección siguiente (10.5). Mientras tanto, será necesario realizar dentro del laboratorio algunas actividades iniciales para poner a punto las técnicas a emplear, por ejemplo:

- Selección del método analítico.
- Desarrollo de una descripción clara y correcta de los métodos a emplear.
- Evaluación de la precisión con que se ejecuta el método adoptado.
- Preparación de gráficos de control.
- Comparación de los resultados de la técnica con estándares de calibración.

### 5.1. SELECCIÓN DE TÉCNICAS ANALÍTICAS

Generalmente no resulta aconsejable la adopción obligatoria y para todos los casos de un método normalizado de determinación de un parámetro dado. Por lo tanto, la elección del método analítico normalmente queda a criterio del laboratorio, teniendo como única restricción que el método elegido cumpla con las exigencias de exactitud y sensibilidad requeridos. En otros términos, los criterios de selección para la técnica analítica serán:

- El método debe ser capaz de llegar a los límites de detección requeridos.
- El método debe ser capaz de suministrar resultados con errores aleatorios y sistemáticos adecuadamente pequeños.

Es conveniente considerar métodos cuyos procedimientos hayan sido evaluados en forma total y adecuada a fin de minimizar los problemas que se puedan encontrar en los trabajos de puesta a punto de la técnica. Sin embargo, con frecuencia los procedimientos de muchos métodos publicados no están detallados lo suficiente, como para permitir tener seguridad de la conveniencia de su aplicación. No obstante, un laboratorio puede desear utilizar un método no enteramente evaluado, y se desea disipar las dudas sobre la capacidad del método para lograr los resultados requeridos. En estas circunstancias, es conveniente llevar a cabo pruebas preliminares sobre algunos puntos dudosos, antes de dar comienzo a las pruebas requeridas para incluir al método en el Programa de Garantía de Calidad. Probablemente, los aspectos de mayor importancia en la pruebas preliminares sean el límite de detección y los factores que incrementan los errores sistemáticos de los resultados, particularmente:

- Muestreo y estabilidad de las muestras.
- Interferencias.
- Capacidad del método para determinar todas las formas del parámetro a medir.
- Curva de calibración del método.

- Determinación de un testigo (blanco).

Siempre que sea posible es necesario identificar y eliminar cualquier fuente de error sistemático. Por ejemplo, la posibilidad de cometer errores sistemáticos en los dos últimos factores mencionados puede reducirse al mínimo asegurándose de que los procedimientos adoptados para la preparación y los análisis de las muestras son también seguidos exactamente para la determinación del testigo y los estándares de calibración. Cuando las fuentes de errores sistemáticos no pueden ser eliminadas, debe comprobarse su magnitud. Es particularmente importante que se repitan las mediciones en cantidades suficientes como para tener la seguridad de que el efecto que nos interesa, pueda ser detectado, por ejemplo, que la representatividad de la prueba pueda ser la adecuada. Es evidente que el esfuerzo y las complicaciones implícitas en las pruebas preliminares hacen muy deseable que al principio se seleccionen métodos que ya han sido completamente evaluados.

## **5.2. DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO A EMPLEAR**

Una vez seleccionado un método, se debe realizar una descripción escrita del procedimiento analítico, que sea completa y sin lugar a ambigüedades. Esta descripción deberá contener suficiente cantidad de detalles como para que un analista sin experiencia pueda seguir el proceso y obtener resultados satisfactorios. Es importante que la descripción incluya, en forma precisa, todos los detalles del procedimiento usado para la calibración del método y para el cálculo de los resultados de los análisis.

## **5.3. EVALUACIÓN DE LA PRECISIÓN**

La evaluación de los resultados obtenidos se realiza a través de técnicas estadísticas sencillas. El personal de laboratorio debe familiarizarse con el uso de estas técnicas a través de la numerosa bibliografía existente en el tema.

El término precisión se refiere a la dispersión o reproducibilidad de los resultados analíticos, y la medida de la precisión más útil para el tratamiento estadístico de resultados es generalmente la desviación estándar. La estimación de la precisión del análisis de una muestra dada o de una solución estándar generalmente requiere del análisis de esa muestra o estándar cada día dentro de un período dado y del cálculo de la desviación estándar de los resultados. El análisis necesita ser llevado a cabo durante varios días a fin de obtener una estimación razonablemente representativa de la variación de los resultados con el tiempo.

Las metas de las pruebas de precisión de una técnica dada son:

- Comprobar todas las estimaciones experimentales de precisión, comparándolas con los valores preestablecidos para la técnica.
- Comprobar la variación de la precisión como función de la concentración dentro del ámbito de concentraciones del método.

- Comparar las estimaciones en la precisión de los resultados de los análisis de soluciones estándares y de muestras naturales de características determinadas, para las cuales el método va a ser usado rutinariamente.

Esta última comparación tiene dos propósitos:

- Si las precisiones de los resultados de los análisis de la muestra y de las soluciones estándares son comparables, se puede tener confianza en el método debido a que las otras sustancias que están presentes en las muestras naturales no han afectado significativamente la precisión de los resultados.
- Si las precisiones de los análisis de la muestra y de la solución estándar son comparables, las soluciones estándar son convenientes para su posterior uso en la preparación y operación de gráficos de control.

Generalmente las pruebas requeridas para alcanzar estas metas nos permiten identificar posibles fuentes de errores sistemáticos y obtener una estimación del límite de detección.

#### **5.4. REGISTRO DE LAS EVALUACIONES DE PRECISIÓN**

Cada laboratorio debe llevar a cabo un programa mínimo de pruebas de manera que sus resultados analíticos puedan ser evaluados y comparados con facilidad. Para cumplir este objetivo, el laboratorio debe contar con los siguientes documentos:

El programa experimental detallado con la explicación de los parámetros que van a ser determinados, los cálculos requeridos y todas las precauciones especiales necesarias, tales como la preparación de los materiales o el establecimiento del orden aleatorio de las determinaciones.

Las planillas de trabajo, que permitan que los resultados de las pruebas y ensayos sean registrados en forma ordenada y precisa y que los cálculos se lleven a cabo en forma similar. Deben incluirse las instrucciones completas para el manejo de datos.

#### **5.5. ANÁLISIS REQUERIDOS PARA EVALUAR LA PRECISIÓN**

La representatividad de la información obtenida en las pruebas de precisión generalmente aumenta con el número de determinaciones repetidas que se llevan a cabo y con el número de muestras que se examina. Sin embargo, puede proponerse un requerimiento mínimo de pruebas. En cada día del número total de días que comprende el ensayo, deberán analizarse las siguientes soluciones/muestras en un solo lote.

- Una determinación testigo que permita estimar:
  - La precisión del límite mínimo del ámbito de concentración del método,
  - el límite de detección del método,
  - la magnitud de la corrección por el testigo, y
  - la precisión de los resultados corregidos por el testigo para las muestras estándares.

- Soluciones estándares del parámetro que cubran el rango de detección del método. En la práctica se podrá usar un estándar próximo al límite superior del ámbito de detección del método.
- Una muestra natural, elegida por el laboratorio, con las características para las cuales el método será usado rutinariamente.
- Una porción de la muestra natural, mencionada en el punto anterior, a la cual se ha adicionado una cantidad conocida del parámetro. La cantidad recuperada del parámetro es una comprobación muy útil para detectar ciertas fuentes de errores sistemáticos.

Para parámetros básicos se considera suficiente un mínimo de seis lotes de análisis.

## 5.6. EVALUACIÓN DE LAS PRUEBAS DE PRECISIÓN

Cuando los resultados de las pruebas de precisión ya han sido calculados e incorporados a las planillas de trabajo, se deben tener en cuenta los siguientes puntos.

- Cada valor de desviación estándar total ( $S_t$ ) debe ser comparado con la correspondiente meta fijada.
- Ninguna estimación estadística debe ser mayor que los valores fijados en la meta correspondiente.
- El resultado analítico promedio de cualquier solución estándar no debe diferir del valor real en una cantidad que exceda a la que corresponde al error sistemático aceptado.
- Debe observarse si existe una tendencia sistemática que haga diferir las precisiones de los análisis de la muestra y de las soluciones estándar. Si se encontrara tal tendencia, el uso de una sola solución estándar para el control mediante los gráficos, no sería satisfactorio.
- El límite de detección del método debe concordar con la meta prevista.
- La recuperación obtenida de una concentración conocida del parámetro adicionada a la muestra debe ser satisfactoria, por ejemplo, la recuperación debe hallarse comprendida en un ámbito de 95 a 105 %.
- La relación de dependencia entre la precisión de los resultados y la concentración del parámetro debe seguir la tendencia propia del sistema experimental utilizado. Por ejemplo, no se espera que la desviación estándar de los resultados analíticos disminuya con el incremento de la concentración del parámetro sobre el ámbito del método.
- Si alguna de las metas fijadas fuera excedida en forma significativa, se debe buscar la causa, eliminarla, y repetir nuevamente todas las pruebas.

## 5.7. GRÁFICOS DE CONTROL

Cuando se han completado satisfactoriamente las pruebas de precisión, es necesario un control continuo de la exactitud del método para detectar y remediar cualquier deterioro que pueda producirse con el tiempo. Con este fin, se recomienda el uso de gráficos de control. La elaboración y uso de los gráficos de control se describen en la bibliografía especializada de tratamiento estadístico de datos. Para el propósito actual, el requisito mínimo consiste en analizar una solución estándar de control para cada lote de análisis, y trasladar los resultados a un gráfico de control. La estimación de la desviación estándar ( $S_t$ ) a partir de los datos producidos, es utilizada para calcular los límites de advertencia y acción del gráfico. La concentración del estándar de control se debe seleccionar adecuadamente, siendo con mucha frecuencia el 90% de la concentración empleada en las pruebas de precisión.

En el uso de los gráficos de control, se deben tomar dos precauciones:

- 1). La interpretación cuantitativa de un gráfico depende de los resultados de un estándar de control que siga una distribución normal. Si se observa que están ocurriendo desviaciones pronunciadas en la distribución de los resultados, debe efectuarse una consulta sobre el análisis estadístico.
- 2). El valor inicial de la desviación estándar ( $S_t$ ) es sólo una estimación aproximada y el gráfico no puede considerarse como un indicador confiable de control, sino hasta que se logre una estimación de  $S_t$  con veinte (20) o más grados de libertad. A medida que los resultados de los estándares de control se vayan acumulando, deben efectuarse revisiones periódicas de las estimaciones de  $S_t$ .

## 5.8. COMPARACIÓN DE LAS SOLUCIONES ESTÁNDARES DE CALIBRACIÓN

Si la concentración de la solución estándar stock usada para la preparación de los estándares de calibración es inexacta, los resultados analíticos se verán afectados por un error sistemático. Esta inexactitud puede deberse al uso de materiales impuros o a algunos problemas en la preparación de la solución, tales como la alteración del reactivo utilizado y/o errores del operador. A diferencia de otras fuentes de error sistemático, ésta puede ser controlada en forma separada, sin exceso de esfuerzo analítico.

La comparación de soluciones estándares se efectúa diluyendo soluciones de tal forma que tengan la misma concentración nominal. Generalmente conviene trabajar con el 90% de la concentración empleada en las pruebas de precisión. La diferencia entre los estándares no debe exceder del 5 %. La comparación de soluciones estándares es necesaria solamente para los parámetros en los cuales, de acuerdo con la experiencia analítica, hay probabilidad de que surjan problemas en su preparación. Así, en la determinación de cloruros, donde no se esperan muchos problemas, la prueba no se considera esencial. Sin embargo, para la determinación del nitrógeno amoniacal o la de nitrógeno como nitratos + nitritos, la comparación de los estándares es recomendable.

## 5.9. CIFRAS SIGNIFICATIVAS

El número de cifras significativas en un resultado debe corresponderse totalmente con la exactitud del análisis. Es importante no cometer errores al hacer las aproximaciones en los cálculos, pues esto disminuirá la exactitud del valor obtenido. Las cifras significativas de un resultado contienen todos los dígitos ciertos y sólo el primero de los dígitos dudosos.

Si por ejemplo una pesada indica un valor de 3,4132 mg hay en él 5 cifras significativas e implica que la pesada se ha hecho con una aproximación de 0,1 mg, o sea que el dígito 2 es el incierto. Si se hubiera expresado el valor como 3,413 mg indicaría que la precisión en la pesada fue de 1 mg. Si un valor obtenido para una determinación dada fuera de 35,7 mg/L, y sabemos que la desviación normal del método de medición es de  $\pm 2$  mg/L, el valor deberá expresarse como 36 mg/L.

Cuando es necesario redondear un número, eliminando cifras significativas se puede utilizar la siguiente regla:

- Si el número a eliminar es 6 o mayor, el número anterior se eleva una unidad.
- Si el número anterior es 4 ó menor, el número anterior queda sin modificar.
- Si el número a eliminar es 5, se deberá tener en cuenta el número que lo precede. Si éste es par se redondea hacia abajo y si es impar se redondea hacia arriba.

Ej.: 2,25 será 2,2

2,35 será 2,4

### 5.9.1. Expresión de Resultados

#### **Unidades**

En general los resultados analíticos se expresan en miligramos por litro (mg/L) o partes por millón (ppm). El término ppm indica una relación peso en peso, aunque generalmente en la práctica se miden volúmenes. Suponiendo que un litro de agua pese un kilogramo, 1 ml/L equivale a 1 ppm. Cuando las concentraciones son inferiores a 1 mg/L es conveniente expresar los resultados como microgramos por litro ( $\mu\text{g/L}$ ), nanogramos por litro (ng/L) y picogramos por litro (pg/L).

#### **Cálculos**

Cuando se realizan multiplicaciones y divisiones, debe tenerse en cuenta que el resultado sólo podrá contener tantas cifras significativas como la medición que menor número de cifras significativas tenga.

$$\text{Ej.: } \frac{25 \cdot 2,391456 \cdot 1,9}{4,32} = 26,294944$$

donde el número final se expresa como 26.

También debe tenerse en cuenta que en las multiplicaciones y divisiones, es el porcentaje de incertidumbre y no la incertidumbre absoluta, la que se transmite.

$$\text{Ej.: } (10,01 \pm 0,01) \times (10,01 \pm 0,01) = 100,2 \pm 0,2$$

Cuando se trabaje con sumas y restas, el resultado final limitará sus decimales al número que menos tenga.

Ej.:

$$\begin{array}{r} 2,07 \\ 3,2914 \\ 1,67895 \\ 0,3 \\ \hline 7,34035 \end{array}$$

donde el resultado final se expresará como 7,3.

### 5.9.2. Criterios Estadísticos Para el Procesamiento de Datos

La precisión se refiere a la variabilidad entre mediciones repetidas de la misma cantidad. La exactitud se refiere a la diferencia entre el valor medido y el valor real de una magnitud que va a medirse. En términos estrictos, los valores reales no se conocen nunca, excepto en la cuenta de objetos discretos y en cantidades definidas. Para conseguir resultados analíticos de buena calidad, deben lograrse precisión y exactitud.

A continuación se resumen algunos conceptos estadísticos fundamentales para el análisis de resultados:

**Promedio:** Se define como una medida de la tendencia central. Hay varios métodos de expresar esta tendencia; uno, es la media aritmética. Se obtiene sumando los resultados obtenidos en las determinaciones repetidas y dividiendo la suma por el número de determinaciones realizadas.

**Desviación estándar:** Es la raíz cuadrada de la media aritmética de los cuadrados de las desviaciones individuales.

$$S = \left( \frac{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + d_n^2}{n-1} \right)^{1/2}$$

donde  $d_1^2$ ,  $d_2^2$ ,  $d_3^2$  y  $d_n^2$  son las desviaciones individuales y  $n$  es el número de desviaciones individuales.

**Límites de confianza:** A través del tratamiento estadístico de datos se puede demostrar que para una población de resultados con distribución normal, el 68% de las desviaciones individuales son menores que la desviación estándar de la población, y que el 99% es menor que el valor de 2,5 desvíos estándar. Dicho de otra forma, el 68% de los valores  $x$  caen dentro del intervalo  $x \pm S$ ; el 95% en el intervalo  $x \pm 2 S$  y el 99% dentro del intervalo  $x \pm 2,5 S$ .

En la **Tabla 7** se presentan datos estadísticos a partir de los cuales pueden determinarse límites de confianza para situaciones analíticas prácticas.

Factores para calcular el límite de confianza			
Número de réplicas n	$f_{50}$	$f_{95}$	$f_{99}$
2	0,72	9,0	45
3	0,47	2,5	5,7
4	0,38	1,6	2,9
5	0,33	1,2	2,1
6	0,30	1,0	1,6
10	0,22	0,72	1,0
20	0,15	0,47	0,64

**Tabla 7.** Factores para calcular el límite de confianza

El número de repeticiones de la determinación está representado por  $n$  mientras que  $f_{50}$ ,  $f_{95}$  y  $f_{99}$  son los factores que, multiplicados por  $S$ , dan como resultado los límites de confianza para probabilidades de 50%, 95% y 99%, en forma de  $x \pm f S$ . Se ilustra con el siguiente ejemplo:

**Ejemplo:**

Cuatro resultados de la determinación de un parámetro produjeron una media aritmética,  $\bar{x}$ , de 22,58 mg/L con una desviación estándar,  $S$ , de 0,05 mg/L. Del cuadro extraemos que para  $n = 4$ ,  $f_{50} = 0,38$ ; por consiguiente hay una probabilidad del 50% de que el valor verdadero se encuentre en el intervalo  $22,58 \pm 0,02$  mg/L.

De manera semejante hay 95% de probabilidades de que el verdadero valor se encuentre en el intervalo  $22,58 \pm 0,08$  mg/L.

Tomando en consideración los datos de la **Tabla 7**, se observa que a medida que aumenta el número de determinaciones, disminuye la importancia de hacer una más. Este hecho concuerda con el sentido común. Es importante resaltar que los conceptos estadísticos deben considerarse como un medio de poner el sentido común sobre bases cuantitativas pero nunca pueden reemplazarlo. El valor de probabilidad utilizado para expresar los resultados de una determinación analítica es arbitrario; las probabilidades del 95% y 99% son las más comúnmente usadas.

**Rechazo de un valor:** El analista se puede encontrar frente a una serie de valores obtenidos mediante determinaciones replicadas, de los cuales uno parece estar alejado de los otros. Cualquier valor puede ser rechazado si se conoce una razón particular para hacerlo. Si no se conoce alguna razón experimental para el rechazo, pero el valor parece estar fuera de línea, se debe emplear prueba estadística para decidir el rechazo. Una prueba sencilla se basa en las diferencias entre el valor más alto y el más bajo calculadas con y sin el valor sospechoso.

Por ejemplo, si  $R_1$  es el rango entre el valor más alto y el valor más bajo, incluidos todos los valores, y  $R_2$  el rango entre el valor más alto y el más bajo excluyendo el valor

sospechoso; y si el cociente  $R_1/R_2$  excede el valor crítico (obtenido en la **Tabla 8**) para el número  $n$  correspondiente, se debe rechazar el valor sospechoso. Si ocurre lo contrario se debe conservar. Para cada valor  $n$  hay dos valores críticos para  $R_1/R_2$ , uno para el nivel 95% y otro para el nivel 99% de probabilidades. Cuando se utiliza el valor crítico del 99%, existe sólo 1% de probabilidad de cometer un error al rechazarlo.

Factores para conservar o rechazar valores extremos		
Número de réplicas n	Valores Críticos de $R_1 / R_2$	
	95%	99%
3	16,9	83,3
4	4,3	9,0
5	2,8	4,6
6	2,3	3,3
8	1,9	2,4
10	1,7	2,1

**Tabla 8.** Criterio estadístico para aceptar o rechazar valores extremos

### **Ejemplo:**

Luego de realizar una determinación analítica con cuatro réplicas se han obtenido los siguientes valores: 22,64; 22,54; 22,22 y 22,69.

$R_1$  es 22,69 – 22,22 ó sea 0,47 y  $R_2$  es 22,69 – 22,54 ó sea 0,15. El cociente  $R_1/R_2$  es 0,47/0,15 ó sea 3,1.

Según el cuadro, el valor crítico para  $n = 4$  en el nivel del 95% de confianza es 4,3 y en el nivel del 99% es 9,0. La aplicación de estos criterios da como conclusión que *el valor debe ser conservado*.

Considerando ahora una nueva serie de valores: 22,64; 22,69; 22,65 y 22,65 y 22,22;  $R_1$  es 0,47 y  $R_2$  es 0,05. El cociente  $R_1/R_2$  es 9,4 de modo que el valor 22,22 puede ser rechazado con un 99% de probabilidad de no cometer un error al hacerlo.

Si más de un valor resulta sospechoso, esta prueba puede repetirse después de haber rechazado el valor más extremo. Si la serie fuera solamente de cuatro valores y se dudara de dos de ellos, lo mejor sería repetir el experimento para obtener más valores.

### **Registro de datos**

Cada analista debe tener una libreta donde registrar las muestras que analiza, la fecha y el resultado obtenido, así como también cualquier observación que considere importante. Estos datos deben ser breves y simples pero, fundamentalmente, lo suficientemente claros como para que en ausencia del analista que realizó la determinación, cualquier otro pueda comprender lo allí escrito y le sirva de guía. Cada laboratorio tendrá normas de registro y archivo de acuerdo a sus necesidades.

### ***Interferencias***

Casi todas las determinaciones están sujetas a interferencias. Algunas de ellas, las más comunes, son conocidas y en general su eliminación no presenta grandes dificultades. Otras en cambio pueden aparecer sin estar previstas en el método. Cuando se sospecha o aparece una interferencia de este tipo se tratará de elegir entre los métodos con que se cuenta, aquel que sea menos afectado por la sustancia interferente. Conviene probar primeramente la dilución de la muestra, con lo cual muchas veces la interferencia resulta menos importante.

Las interferencias son del tipo “positivo” cuando reaccionan de la misma forma que la sustancia investigada produciendo un aumento de la señal de reconocimiento. En cambio son “negativas” cuando la interferencia se combina con la sustancia buscada o con el reactivo agregado, produciendo una disminución en la señal.

Lo más conveniente una vez conocida la interferencia es tratar de eliminarla, por ejemplo, con métodos físicos (precipitación y filtración) o intentar que no resulte activa, por ejemplo, modificando el pH, acomplejándola, etc. Cuando la interferencia no puede eliminarse o inactivarse habrá que buscar la manera de compensarla, aunque estos métodos son en general largos y bastantes complejos. El tratamiento correcto para la eliminación, inactivación o compensación de las interferencias es tal vez la parte más compleja de la determinación analítica y en general depende del buen criterio y habilidad del analista, la obtención de un resultado correcto.

## 6. CALIDAD EN EL LABORATORIO

El estudio del concepto de calidad aplicado a la elaboración de productos, operación de procesos y sistemas así como a la prestación de servicios ha recibido una atención considerable durante los últimos años. Es evidente que el laboratorio químico analítico debe adoptar a la calidad como su objetivo guía a fin de que los resultados por él generados sean reconocidos y aceptados como la base firme sobre la cual adoptar decisiones correctas.

La relación entre la calidad y el laboratorio puede enfocarse desde dos puntos de vista: la calidad externa y la interna. La calidad externa se refiere a los productos o sistemas que son los objetivos del ente (público o privado) del cual depende el laboratorio. La calidad interna reconoce dos aspectos: la calidad del trabajo que se realiza y la calidad de los resultados que se generan. Generalmente esta última alternativa es la acepción más utilizada para definir la calidad del laboratorio analítico.

Sin embargo, independientemente de las perspectivas de la calidad adoptadas, todas ellas están evidentemente interrelacionadas. Por ejemplo, la calidad externa depende de la calidad interna, cuyo nivel de exigencia lógicamente está fijado por la primera. De igual forma, la calidad de los resultados requerida exige un determinado grado de calidad en el trabajo que se realiza, así como la calidad del trabajo efectuado está en función del resultado buscado.

Tomando en cuenta los conceptos anteriores, se puede ensayar como definición de calidad del laboratorio analítico al *“conjunto de características de la información generada que satisfacen los requerimientos del usuario”*, entendiéndose como usuario a un organismo público o privado del cual depende el laboratorio o bien a un cliente específico.

### 6.1. PROCESO ANALÍTICO

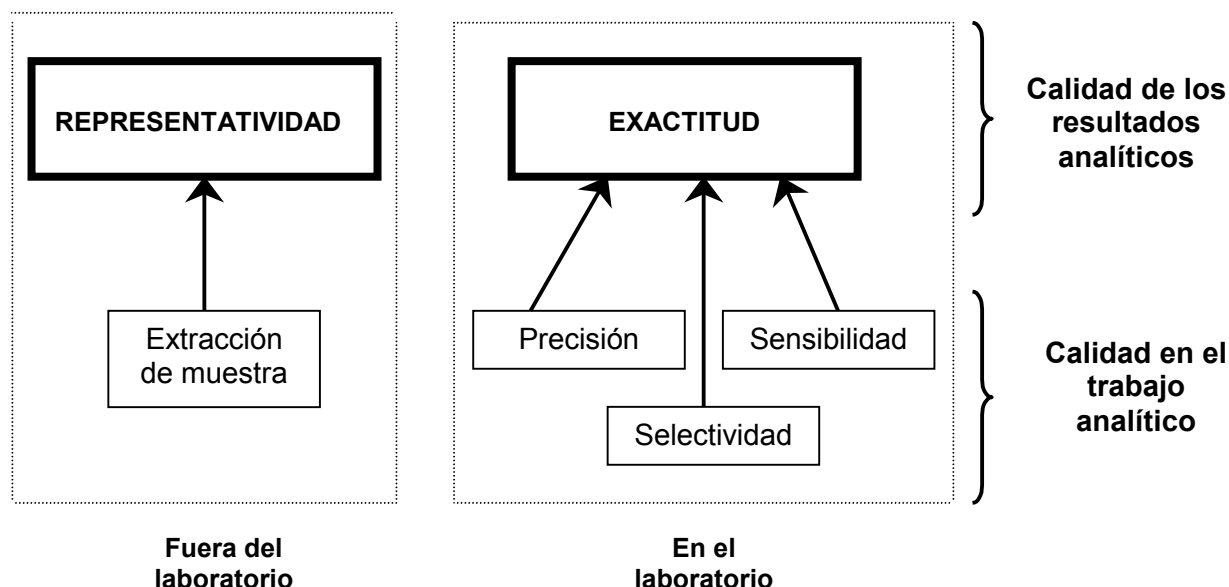
El proceso analítico se define como el conjunto de operaciones que se lleva a cabo entre la muestra sin tomar, ni medir, ni tratar y los resultados expresados según requerimientos. Este proceso puede descomponerse en las siguientes etapas:

- Operaciones previas a la medición, por ejemplo extracción de muestra, acondicionamiento de la muestra, disolución, separaciones, reacciones analíticas, etc.
- Medición por medio de un instrumento que genera información.
- Registro y tratamiento de datos.

La calidad de los resultados depende de la calidad específica de cada una de las etapas que componen el proceso analítico. No se puede restar importancia a ninguna de estas fases si se desea alcanzar un cierto nivel de calidad final en los resultados. Por ejemplo, de nada vale contar con un instrumental de primera calidad que permita la medición del parámetro de interés con mucha exactitud si se realiza la toma de muestras en forma descuidada o se registran y procesan los datos en forma inadecuada.

## 6.2. PROPIEDADES ANALÍTICAS BÁSICAS

Las propiedades analíticas pueden clasificarse en dos tipos de acuerdo con su importancia relativa: las conocidas como *básicas* (exactitud, precisión, sensibilidad, selectividad y rapidez) y las *complementarias* (costo, seguridad para el personal, robustez, etc.). Desde el punto de vista de la calidad de los resultados, hay dos propiedades básicas que la definen perfectamente: la *exactitud* y la *representatividad*. La exactitud se refiere al nivel de correspondencia que existe entre el resultado informado y el valor verdadero, mientras que la representatividad toma en cuenta la concordancia entre la muestra tomada y la definición del problema analítico a resolver.



**Figura 9.** Esquema de interdependencia entre la calidad de los resultados y las propiedades analíticas básicas

Como se indica en la **Figura 9**, la propiedad de exactitud depende a su vez de otras propiedades analíticas tales como la *precisión*, la *selectividad* y la *sensibilidad*. Habitualmente se entiende a la precisión como el grado de concordancia que existe entre un resultado dado y un conjunto de ellos obtenidos aplicando el mismo procedimiento analítico a la misma muestra en circunstancias idénticas (repetibilidad) y algo o muy distintas (reproducibilidad). Es difícil concebir un proceso analítico exacto sin el requisito de la precisión, sin embargo, en algún caso poco frecuente se puede encontrar un resultado exacto en un proceso analítico poco preciso.

La existencia de interferencias conspira contra la exactitud de los resultados, por lo tanto, un proceso analítico exacto también debe ser selectivo con respecto al analito que se desea determinar. La sensibilidad es también una propiedad analítica importante para lograr exactitud, ya que garantiza el nivel de concentración mínimo medible. En síntesis,

la exactitud y la representatividad son propiedades que definen la calidad del proceso analítico.

### **Trazabilidad**

Otra propiedad de importancia en un proceso analítico es la trazabilidad del resultado, la cual permite relacionarlo con estándares apropiados ya sean éstos nacionales o internacionales. Los estándares apropiados son los correspondientes a las unidades básicas del Sistema Internacional. Se puede establecer entonces una cadena de comparaciones que asegure su exactitud o mas bien permita conocer su grado de exactitud. En esta cadena, la calibración y la estandarización adquieren gran importancia. La secuencia debe ser lo más corta posible a fin de reducir el margen de incertidumbre del valor medido el cual resulta de la combinación de las incertidumbres parciales que introduce cada eslabón de esta cadena comparativa. Es necesario tener en cuenta que cada valor de los estándares, certificado o no, presenta a su vez su propio grado de incertidumbre que se debe conocer.

Tomando en cuenta lo expuesto, se puede definir a la trazabilidad de un resultado analítico como aquella característica básica del mismo que implica su relación inequívoca con estándares o materiales de referencia apropiados a través de una cadena ininterrumpida de comparaciones en las que la calibración es esencial. De este modo, la exactitud de un resultado estará garantizada por la trazabilidad del mismo.

La trazabilidad de un resultado implica que se pueda conocer claramente o rastrear todos los elementos analíticos que contribuyeron a su generación, por ejemplo:

- **Materiales:** muestra/s, reactivos, soluciones, materiales de referencia, blancos, equipos, etc.
- **Instrumentación de la técnica:** qué equipamiento se empleó, cuál era el estado del mismo, cómo era su calibración y mantenimiento general.
- **Metodología:** técnica analítica empleada y forma de aplicación
- **Temporales:** día y hora
- **Humanos:** técnicos y supervisores que contribuyeron a la obtención del resultado

## **6.3. CALIDAD DE LOS LABORATORIOS**

En términos generales, la calidad de productos, sistemas y servicios tiene tres elementos que son interdependientes entre sí:

- Garantía de calidad (en inglés, *Quality Assurance*)
- Control de calidad (*Quality Control*)
- Evaluación de la calidad (*Quality Assessment*)

Este mismo esquema conceptual es aplicable también al servicio que prestan los laboratorios analíticos, ya sean estos dependientes de la planta potabilizadora o externos a la misma.

### **6.3.1. Garantía de Calidad**

La garantía de calidad es el conjunto general de actividades diseñadas, ejecutadas y contrastadas para proporcionar al usuario del producto/sistema/servicio de interés la seguridad de que éste cumple con un conjunto de requisitos perfectamente definidos al cual llamamos calidad, dentro de un determinado margen de confianza. En el ámbito del laboratorio analítico, la garantía de calidad consiste en la serie de actividades planificadas, realizadas y contrastadas para asegurar que los resultados analíticos que genera tengan el nivel de calidad (fundamentalmente exactitud y representatividad) que se ha establecido con anterioridad y por lo tanto resulta exigible.

Los sistemas de Garantía de Calidad utilizan a los sistemas de Evaluación para verificar, con la periodicidad adecuada, la eficiencia de los sistemas de Control de Calidad. De este modo, la Garantía de Calidad brinda al laboratorio analítico un fundamento de credibilidad y confianza sobre la información generada, siempre que las actividades de control y evaluación de la calidad se apliquen y documenten en forma sistemática.

### **6.3.2. Control de Calidad**

El control de calidad consiste en el conjunto de actividades planificadas y ejecutadas para proporcionar un producto/sistema/servicio con un nivel de calidad preestablecido, el cual debe ser satisfactorio, fidedigno y económico.

En el laboratorio analítico, el control de calidad se resume en una serie de acciones, diferentes del trabajo ordinario, planificadas y ejecutadas para producir una información analítica con un nivel de calidad preestablecido (exactitud y representatividad) que satisfaga los requisitos impuestos. Es importante tener en cuenta que el control de calidad es una parte activa de los sistemas de Garantía de Calidad y que está sujeto a su verificación mediante los sistemas de Evaluación de Calidad.

### **6.3.3. Evaluación de la Calidad**

El conjunto específico de actividades planificadas y efectuadas con el fin de asegurar que las actividades previstas por el sistema de Control de Calidad se realicen en forma adecuada y eficaz constituyen la evaluación de la calidad. Las actividades de evaluación de la calidad implican la contrastación sistemática y continuada, en el espacio y en el tiempo, del producto/sistema/servicio.

Llevado al plano del laboratorio analítico, la Evaluación de la Calidad se traduce en el contraste sistemático y continuado de las actividades implicadas en el Control de Calidad. En síntesis, consiste en sistemas de examen, tanto de los resultados analíticos generados en términos de exactitud y representatividad como así también de los trabajos que se realizan en el laboratorio.

El objetivo central de la evaluación de la calidad es asegurar que los resultados producidos por el laboratorio cumplan con los requisitos de calidad preestablecidos a través del examen directo o indirecto de los sistemas de Control de Calidad. Estas evaluaciones pueden tener carácter interno o externo. Las actividades de evaluación internas, habitualmente están a cargo del propio personal del laboratorio y las formas más habituales de realizarlas son:

- Utilizar herramientas estadísticas como por ejemplo cartas o gráficos de control para la comparación entre sí de los resultados obtenidos en momentos diferentes o con operadores distintos.
- Introducir en el laboratorio y sin previo aviso muestras especialmente destinadas a verificar el proceso analítico. En general es conveniente que el personal responsable del procesamiento directo de estas muestras no esté informado de sus características para hacer más objetiva la evaluación. Existen varias posibilidades para este tipo de muestras:
  - Muestras de composición conocida por determinaciones realizadas previamente en el mismo laboratorio o en otro externo.
  - Soluciones de referencia.
  - Muestras enviadas al laboratorio en forma repetida, lo cual puede implicar la subdivisión de la misma.
  - Conjunto de muestras adicionado con cantidades conocidas y diferentes del parámetro a medir.
- Evaluar las discrepancias introducidas en el proceso analítico por cambios eventuales de algunos elementos tales como equipamiento, reactivos, etc.
- Utilizar técnicas analíticas diferentes y de calidad contrastada tales como métodos estándar o validados.

Por otra parte, la evaluación externa implica la participación voluntaria en un examen realizado por personal ajeno al propio laboratorio y puede adoptar formas tales como el uso de Materiales de Referencia Certificados, la realización de Ejercicios de Intercomparación o la Acreditación de Laboratorios. Las Auditorías de Calidad consisten en el examen de los sistemas de Control de Calidad por personal distinto al que trabaja en el laboratorio y es responsable directo de los resultados generados. Existen diferentes modalidades de Auditorías de Calidad:

- **Auditorías Cualitativas.** También se conocen como auditorías de sistemas y consisten en la supervisión o vigilancia del funcionamiento de las actividades del Control de Calidad. Se basan en inspecciones sistemáticas realizadas por personal ajeno al laboratorio.
- **Auditorías Cuantitativas.** Conocidas también como auditorías de funcionamiento, consisten en una evaluación cuantitativa de los resultados obtenidos basada en el análisis estadístico, utilizando Materiales de Referencia Certificados en forma directa o bien por medio de Ejercicios de comparación interlaboratorio.

Si bien las auditorías siempre deben ser realizadas por personal ajeno al laboratorio, estas actividades de control pueden ser de carácter interno o externo a la institución (pública o privada) a la cual pertenece el laboratorio. De este modo, tendremos auditorías

internas cuando sean realizadas por personal del mismo ente al cual pertenece el laboratorio. En este caso, el personal auditor generalmente depende en forma directa de la Gerencia o Dirección, formando parte de la Unidad de Garantía de Calidad de las Buenas Prácticas de Laboratorio. Por otra parte, las auditorías pueden ser realizadas por personal externo, perteneciente organismos públicos o privados los cuales tienen como misión garantizar la Calidad de los Laboratorios de Control. Las auditorías externas cualitativas se conocen actualmente como Sistemas de Acreditación, mientras que las cuantitativas constituyen las Pruebas de Pericia (en inglés *Proficiency Testing*) que pueden realizarse en forma aislada o formar parte de Ejercicios de Intercomparación.

#### **6.3.4. Plan de Garantía de Calidad**

Este plan constituye el pilar fundamental sobre el cual se asienta la calidad de los laboratorios analíticos y se puede definir como el conjunto detallado de actividades tendientes a asegurar la calidad de los resultados, establecida según requerimientos. Por lo tanto, el plan de garantía de calidad debe estar detallado en forma minuciosa en el MANUAL DE CALIDAD del laboratorio. Asimismo, este manual incluye una descripción de todos los pasos a seguir para implementar el sistema de Garantía de Calidad.

Este plan puede dividirse en cuatro fases bien diferentes, las cuales están interrelacionadas en forma circular. Las primeras dos fases corresponden a las actividades que se llevan a cabo antes y durante el proceso analítico ordinario, constituyendo el Control de calidad definido con anterioridad.

##### **FASE 1: Ejemplo de actividades previas al proceso analítico**

- Planificación previa
- Diseño de laboratorio
- Planificación de la extracción de muestras
- Instrumentación: calibrado y mantenimiento
- Selección de metodologías y su validación
- Adopción de medidas de seguridad
- Preparación de documentación de las actividades previas y archivo

##### **FASE 2: Ejemplo de actividades que se desarrollan durante el proceso analítico**

- Planificación de actividades
- Uso de estándares, muestras control, blancos, etc.
- Procesamiento estadístico de resultados, utilización de cartas control.
- Elaboración de documentación, registro y archivo de la misma

Siguiendo el orden de actividades, la tercera fase incluye actividades que comprenden el concepto de Evaluación de la Calidad definido con anterioridad. Estas actividades pueden desarrollarse tanto durante el proceso analítico como con posterioridad. Asimismo, la

evaluación que implican estas actividades puede ser llevada a cabo por el propio laboratorio (interna) o también por un evaluador externo.

### **FASE 3: Ejemplo de actividades de Evaluación de Calidad**

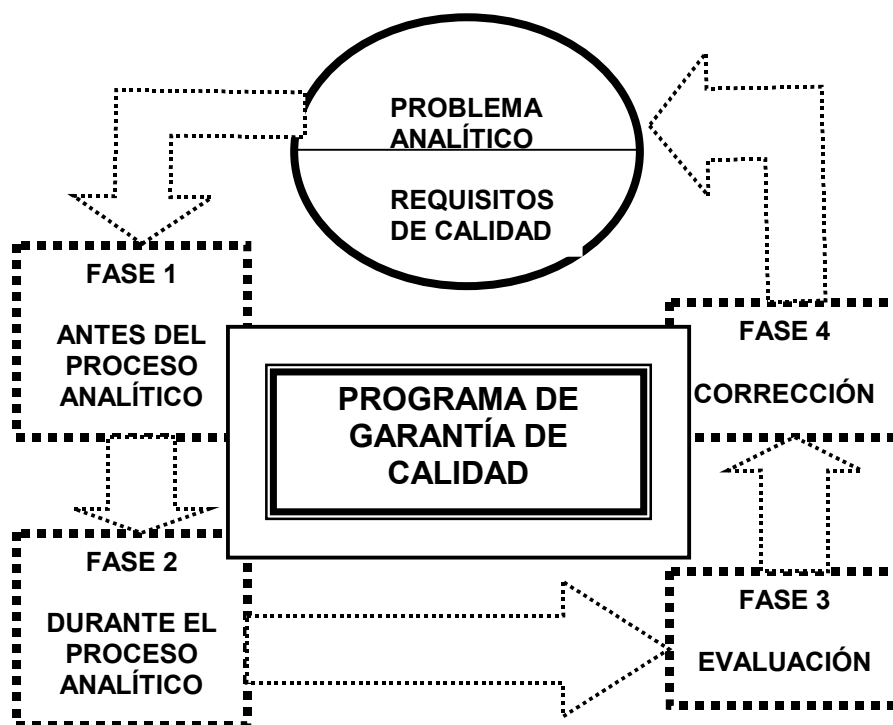
- Planificación de la evaluación
- Documentación y archivo de la evaluación

La cuarta fase involucra actividades de corrección y mejoramiento del trabajo en el laboratorio, y es el resultado de la caracterización y diagnóstico efectuados durante la fase evaluativa anterior. Además, estas modificaciones tienen en cuenta también el grado de conformidad que surge de la comparación entre los resultados obtenidos y la calidad esperada. De este modo se cierra el ciclo de las actividades de la Garantía de Calidad y se inicia uno nuevo, corrigiendo las actividades del Control de Calidad que se identificaron como fuentes de perturbación.

### **FASE 4: Ejemplo de actividades de Corrección**

- Planificación de la corrección
- Correcciones inmediatas
- Correcciones de corto y largo plazo
- Documentación y archivo de las correcciones efectuadas

En la **Figura 10** se esquematiza el carácter cíclico de las fases que componen el Programa de Garantía de Calidad del Laboratorio.



**Figura 10.** Esquema del funcionamiento del Programa de Garantía de Calidad en el laboratorio analítico

El ciclo del Programa de Garantía de Calidad comienza al presentarse el problema analítico, el cual lleva implícitos ciertos requisitos de calidad. Si los resultados obtenidos cumplen con las previsiones de calidad estipuladas, el programa en funcionamiento se mantiene. Por el contrario, si las expectativas de calidad no se alcanzan, entonces se introducen las correcciones pertinentes y se inicia un nuevo ciclo del Programa. Este esquema de aproximaciones sucesivas se mantiene hasta cumplir con las condiciones impuestas.

### 6.3.5. Actividades de Documentación/Archivo

Como puede notarse en el punto anterior, las actividades de planificación así como las de elaboración de registros y archivo son comunes a las distintas fases del ciclo que componen el Programa de Garantía de Calidad. Estas actividades son clave cuando se intenta establecer este tipo de programa en el laboratorio y un paso imprescindible para desarrollar el Manual de Calidad. Dado que las actividades de documentación y archivo son tediosas y consumen mucho tiempo, es necesario enfatizar su importancia para el Programa de Calidad del laboratorio analítico.

Entre los objetivos generales de la documentación y archivo se destacan: a) controlar el seguimiento del Manual de Calidad, b) facilitar la comprobación de la trazabilidad de un resultado, c) asegurar la *cadena de custodia* de la muestra y su vinculación con los resultados producidos, y d) proteger los datos primarios obtenidos y los resultados generados de extravíos, deterioro, robo y manipulación. Las principales características de las actividades de documentación/archivo para que cumplan adecuadamente su función dentro del Plan de Garantía de Calidad son:

- **Permanencia.** Significa que documentación como por ejemplo datos, informes y programas no pueden desaparecer por acciones voluntarias o involuntarias.
- **Atribuibilidad.** Se refiere a que se identifique en forma inequívoca a los responsables de las actividades registradas.
- **Seguridad.** Indica que la custodia de la documentación generada debe estar garantizada.
- **Constancia.** Significa que hora a hora, día a día, mes a mes, año a año, queden registradas en forma documental todas las actividades del laboratorio y de su personal.

Las actividades de documentación/archivo pueden clasificarse en cuatro áreas básicas: a) datos primarios y resultados/informes, b) observaciones y datos relacionados con el proceso analítico tales como toma manejo e identificación de muestras, calibración/mantenimiento de instrumentos, técnicas y reactivos empleados, c) datos relativos al personal y d) Manual de Calidad. La información registrada y archivada será empleada internamente tanto por personal del mismo laboratorio así como por personal externo para la realización de auditorías.

### 6.3.6. Acreditación de Laboratorios

La Acreditación de un laboratorio consiste en el reconocimiento formal y/o escrito de su competencia para llevar a cabo análisis específicos o tipos específicos de análisis. Se trata generalmente de auditorías externas del tipo cualitativo.

Dos características importantes de la acreditación son su carácter parcial y transitorio. Solamente se pueden acreditar áreas específicas del trabajo de un laboratorio como por ejemplo el análisis de metales en matrices definidas (Ej.: agua y sedimentos) o la determinación del contenido microbiológico de muestras de agua, y no al laboratorio en sí. Asimismo, la validez de la certificación es limitada en el tiempo y por lo tanto debe renovarse. Por otra parte, la acreditación es voluntaria y el laboratorio o el ente del cual depende debe solicitarla al Organismo Nacional competente debiendo abonar un monto por el servicio prestado.

Cuando se encara un proceso de acreditación del laboratorio es necesario considerar los siguientes aspectos: a) personal, b) disponibilidades generales, c) equipamiento/instrumentación, d) programa de Garantías de Calidad (Manual de Calidad). El proceso de acreditación consiste en las siguientes etapas generales:

- Información a petición del laboratorio.
- Solicitud formal.
- Visita de inspección in situ, la cual además de comprobar el funcionamiento del laboratorio debe tener en cuenta el seguimiento de:
  - Normas específicas (Ej: normas ISO u otras).
  - Buenas Prácticas de Laboratorio.
  - Manual de Garantía de Calidad.
- Pruebas de Pericia.
- Informe de los responsables.
- Emisión del Certificado de Acreditación.
- Revisiones periódicas.

Es importante tener en cuenta que no debe confundirse la acreditación con otros términos que se utilizan frecuentemente en la temática de Calidad tales como: *Certificación, Aprobación, Registro y Autorización*.

### 6.3.7. Ventajas e Inconvenientes de los Programas de Garantía de Calidad

Los programas de Garantía de Calidad han sido implementados con éxito en los países desarrollados demostrando ser útiles para la mejora de los estándares productivos. Por esta razón, actualmente existe en nuestro país mucho interés en su aplicación a diferentes sistemas proporcionadores de bienes y servicios. La principal ventaja que aporta un Programa de Garantía de Calidad a un laboratorio analítico que lo implementa es un aval fundamentado sobre la credibilidad de la información por él generada.

Paralelamente, existen ventajas indirectas como por ejemplo una mejor imagen externa e interna del laboratorio, lo cual propicia la confianza del usuario en sus servicios. Asimismo clarifica los objetivos de la organización ayudando a la racionalización del trabajo, eliminando repeticiones innecesarias y facilitando la toma de decisiones. La implementación de un Programa de Garantía de Calidad presenta un desafío profesional al laboratorio, promoviendo la capacitación, actualización y el entrenamiento del personal. Por otra parte, crea nuevos puestos de trabajo para la implementación de las nuevas funciones requeridas.

Sin embargo, la implantación del concepto de calidad y su materialización en un Programa de Garantía de Calidad operativo demanda un esfuerzo considerable que debe medirse adecuadamente antes de ser lanzado. Como en toda empresa el factor humano resulta decisivo así como la motivación para llevarla al éxito. En este sentido, es responsabilidad de la Dirección de la organización concientizar a todo el personal sobre la importancia de su participación en este programa y sobre la necesidad y beneficios de su aplicación.

Otro punto importante a tener en cuenta es que este esfuerzo tendrá también un costo asociado el cual es estimado por algunos autores (Ríos, 1998) entre el 25 y el 30% de los gastos de funcionamiento habituales del laboratorio. Parte de este costo estará relacionado con la necesidad del incremento de personal para reforzar áreas como informática o manejo administrativo y servicios de mantenimiento.

Por otra parte, será necesario compatibilizar las tareas ordinarias del laboratorio con aquellas que requiere el Programa de Garantía de Calidad. Esto demandará la coordinación de actividades en forma ajustada de modo que ambos aspectos puedan convivir en el laboratorio. Un punto importante a tener presente es que los diferentes factores que implican un cierto grado de calidad exigen esfuerzos en sentidos divergentes. Por ejemplo a los resultados del laboratorio generalmente se les pide calidad (exactitud, representatividad) y rapidez mientras que el funcionamiento del laboratorio debe hacerse con el menor costo posible y con seguridad/comodidad para el personal. El equilibrio entre estos factores es esencial para implantar con éxito el Programa de Garantía de Calidad.

Tal vez uno de los puntos que ofrecerán mayor dificultad es la constancia en la implementación y seguimiento de los procedimientos adoptados para la Garantía de la Calidad. Dado que estas actividades son metódicas, lentas y tediosas existirá siempre el riesgo de practicarlas en forma discontinua, cayendo en la dejadez y el abandono y practicándolas sólo cuando se va a ser sometido a evaluación. Sin la propiedad de continuidad los sistemas de calidad carecen de sentido. La documentación archivada es un indicador importante para verificar el mantenimiento constante de los sistemas de calidad en un laboratorio analítico.

## 7. SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Aunque la responsabilidad del programa de seguridad en el laboratorio corresponde a la Dirección del establecimiento, es conveniente que todo laboratorio cuente con un responsable de seguridad, que forme parte del equipo de dirección, de forma que tenga acceso a la información actualizada, al mismo tiempo que promueva la optimización del programa de capacitación y adiestramiento del personal en temas de higiene y seguridad.

El entrenamiento relacionado con las técnicas de seguridad exige la realización de cursos y seminarios, utilizándose como material de enseñanza videos educativos con demostraciones sobre el uso de matafuegos, la realización de primeros auxilios, y los procedimientos para la manipulación de sustancias químicas peligrosas. En general, los fabricantes de productos químicos proporcionan información de los mismos en hojas de datos de seguridad, que deben suministrarse al personal para proporcionar información específica acerca de los peligros a que pueden verse expuestos en sus puestos de trabajo.

Dentro de las funciones del responsable de seguridad se incluye la inspección periódica de los equipos de emergencia, tales como matafuegos, alarmas, sistemas de lavado de ojos y duchas de seguridad; inspecciones del laboratorio y el seguimiento de las tareas desarrolladas por el personal para verificar el cumplimiento de las reglas de seguridad y las prácticas recomendadas.

Se deberá llevar registro de los accidentes producidos, inspecciones realizadas, y de todo evento relativo a la seguridad en el laboratorio. Este registro contendrá la información suficiente como para que el responsable de seguridad, el supervisor y la dirección puedan determinar el personal que ha sido afectado, las causas, circunstancias y momento en que se produjo el evento, así como las lesiones ocasionadas.

### 7.1. ASPECTOS DE HIGIENE Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO QUÍMICO

En un laboratorio de aguas, las características de las muestras a procesar son muy variables, desde aguas muy puras hasta residuos altamente contaminados. Pueden contraerse muchas enfermedades al estar en contacto con este tipo de materiales, pero también son fácilmente evitables siguiendo un estricto control sobre la higiene ambiental y personal. Por tal razón, son de suma importancia, las condiciones en que se trabaje en el laboratorio. Tanto los pisos y mesadas como las paredes del mismo deben limpiarse a fondo y desinfectarse con productos químicos adecuados para tal fin.

En lo que al personal se refiere, cualquier pequeño corte o lesión en contacto con agua contaminada, producirá si las condiciones lo permiten un desarrollo bacteriano, causante de infecciones peligrosas. Es por ello que se recomienda trabajar con guantes del tipo quirúrgico cuando se manipulan muestras que pueden resultar tóxicas o patogénicas. Una medida importante consiste en tener prendas adecuadas (delantal, camisa y pantalón) para el trabajo, de tal forma que al retirarse no se transporte el material contaminante fuera del laboratorio.

Debe evitarse fumar y comer dentro del laboratorio. El material con que se trabaja no solo puede ser infeccioso, sino que casi en su totalidad es peligroso. Vidrios, fuego, ácidos, venenos, etc., demandan al operador extremos cuidados para su propia seguridad y la de sus compañeros. Deben evitarse las bromas o juegos que desconcentren al analista provocando accidentes. “La prevención de los accidentes será el mejor remedio”.

Se deberá informar al personal sobre los riesgos que implican el uso y manipuleo de sustancias químicas. La responsabilidad por la seguridad y salud del personal del laboratorio es de todos, de los individuos y de la institución. En un lugar del laboratorio, fácilmente accesible se deberá tener un mueble que contenga elementos de primeros auxilios por ejemplo:

- Apósitos adhesivos.
- Solución saturada de bicarbonato de sodio.
- Pomada para quemaduras.
- Solución de ácido acético al 1%.
- Solución de ácido bórico al 1%.
- Bicarbonato de sodio en polvo.
- Alcohol.
- Glicerina.
- Desinfectantes a base de amonio cuaternario.
- Gasas y vendas.
- Tijeras, pinzas y cinta adhesiva.
- “Decadrón” inyectable.

Finalmente, cabe señalar, la inconveniencia de que trabajen en un laboratorio personas propensas a reacciones alérgicas.

### 7.1.1. *Equipo de Seguridad de Laboratorio*

#### **Extintores**

Dentro de un laboratorio pueden distinguirse tres tipos de extintores:

- 1). **de agua:** utilizados para el caso de fuegos producidos por combustibles tales como lana, papel o tela
- 2). **químicos secos:** utilizados para la extinción de fuegos producidos por líquidos y metales inflamables o fuegos eléctricos
- 3). **de dióxido de carbono:** utilizados para fuegos pequeños producidos por líquidos inflamables.

### ***Duchas de seguridad***

Se utilizan en el caso de accidentes producidos por ácidos, soluciones cáusticas u otro tipo de líquidos peligrosos, o en el caso de que se produzca fuego en las ropas del personal. Las duchas deben ubicarse en el exterior en forma conveniente, preferiblemente cerca de una puerta de salida y en un espacio despejado, debiéndose inspeccionar su funcionamiento en forma periódica.

### ***Lavador de ojos***

Se utilizan en el caso de salpicaduras con productos químicos, y deben situarse cerca de las piletas, en zonas visibles y lejos de conexiones eléctricas. Como precaución general, debe controlarse su funcionamiento en forma periódica para asegurar su aplicación en el momento oportuno. La ubicación de los mismos será tal que permita su localización con los ojos cerrados.

### ***Instalaciones de almacenamiento***

Se emplean para guardar los materiales de laboratorio, debiéndose prestar atención a sus propiedades así como las consecuencias que puede producir su derrame, explosión o fuego. No deben almacenarse grandes cantidades de reactivos en las áreas de trabajo, sino envases que contengan pequeñas cantidades para el trabajo diario.

Se evitará la mezcla o el contacto de sustancias químicas que puedan dar lugar a compuestos explosivos, inflamables o peligrosos, almacenándolos en forma separada. Los disolventes inflamables se guardarán en recipientes especiales y en cabinas adecuadamente ventiladas, considerándose como inflamable a los líquidos con punto de ignición inferior a 60 °C a una presión atmosférica superior a 275 kPa y a una temperatura ambiente de 30 °C.

### ***Campanas extractoras de gases***

Utilizadas para contener y trabajar con materiales peligrosos, disponiéndose de diferentes tipos de campanas de flujo lento según los distintos niveles de peligrosidad. Se debe verificar que la velocidad del flujo de aire sea de aproximadamente 30 m/min.

### ***Avisos de seguridad***

En diferentes sectores del laboratorio deberán existir láminas con esquemas de procedimientos ante un eventual accidente. También deberán colocarse afiches para informar sobre las sustancias peligrosas existentes en el laboratorio.

## ***7.1.2. Equipo de Protección Personal***

El equipo y los materiales de protección personal están constituidos por guantes, zapatos, cascos, antiparras, botas, etc., dependiendo su elección y uso de las diferentes tareas que se tengan que realizar. La utilización de ropa de trabajo tiene el objetivo de evitar el transporte de material que puede ser peligroso fuera de los límites del laboratorio.

Los guantes serán de diferentes materiales en función del tipo de sustancia a manipular. Así por ejemplo se utilizarán guantes de goma para el manejo de líquidos peligrosos, los de tipo quirúrgico serán útiles para materiales patogénicos y los aislantes resultan imprescindibles para asir objetos calientes o extremadamente fríos. Las antiparras protegen de salpicaduras de sustancias químicas, del impacto de objetos, del polvo y de la exposición a la luz ultravioleta.

Conviene contar también con máscaras para situaciones de emergencia en que se produzcan atmósferas peligrosas ya sea de humos, gases o aerosoles, o bien para la realización de actividades que impliquen el uso sistemático de disolventes volátiles y que su inhalación permanente pueda causar efectos adversos sobre la salud.

### **7.1.3. Riesgos en el Laboratorio y su Control**

Antes de iniciar cualquier actividad es necesario identificar todos los peligros potenciales y establecer un plan de seguridad que incluya las hojas de datos de los materiales a manipular y la descripción de los procedimientos operativos que se realizan a diario, así como los aplicados en caso de emergencias.

#### **Riesgos químicos**

El personal de laboratorio puede estar expuesto a un riesgo por la utilización de productos químicos, pudiéndose producir como consecuencia lesiones externas o internas. Las lesiones externas pueden ser producidas por el contacto, salpicaduras o vertido de envases con sustancias cáusticas o corrosivas, tales como ácidos, álcalis o sales reactivas. Los gases de estos ácidos y bases suelen ser irritantes oculares y respiratorios de importancia, mientras que los que se presentan en estado líquido o sólido pueden provocar quemaduras en la piel. Por otro lado, las lesiones internas pueden resultar de los efectos tóxicos debidos a sustancias que haya absorbido el organismo.

Los ácidos y las bases se almacenarán por separado en zonas bien ventiladas y fuera del contacto con materiales orgánicos volátiles u oxidables, utilizándose envases de plástico para su contención. El trabajo con ácidos y bases fuertes sólo debe hacerse bajo campana de extracción de gases, y en el caso que se preparen soluciones, deberá incorporarse lentamente al agua, agitando en forma permanente para evitar salpicaduras. En el caso de que se produzca un contacto con la piel deberá lavarse la zona afectada de inmediato y no utilizar la ropa hasta tanto no se haya lavado cuidadosamente.

Un caso particular es el ácido perclórico que reacciona en forma explosiva en contacto con la materia orgánica, por lo cual se recomienda no utilizar las mismas campanas extractoras para trabajar con reactivos orgánicos, especialmente si se trata de solventes volátiles.

Algunos de los peligros que presentan ciertos metales y compuestos inorgánicos son los siguientes:

- Compuestos con arsénico y níquel: son altamente tóxicos y pueden ser cancerígenos.
- Berilio y sus compuestos: son extremadamente tóxicos, reflejándose esto en su bajo valor umbral límite de toxicidad, de  $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ; se cree que puede ser cancerígeno, siendo aconsejable su manipuleo en campanas extractoras y con guantes.

- Cianuros: no deben acidificarse soluciones de cianuro ya que puede liberarse cianuro de hidrógeno que es un gas letal.
- Mercurio y sus compuestos: debido a su gran volatilidad y toxicidad debe manipularse con precaución, siendo necesario disponer de un sistema de tratamiento para sus vertidos.

Con respecto a los compuestos orgánicos, se cree que muchos de ellos son cancerígenos, por lo que deben tratarse con extrema precaución. Entre ellos pueden encontrarse reactivos del tipo del benceno, tetracloruro de carbono, cloroformo, tetracloroetileno y la bencidina.

En general, en un laboratorio se utilizan una serie de solventes orgánicos, pertenecientes a diferentes categorías tales como alcoholes, compuestos halogenados e hidrocarburos, cada uno de los cuales puede producir diversos efectos sobre la salud. Los alcoholes, pueden producir irritación en las mucosas, adormecimiento e intoxicación; los hidrocarburos halogenados pueden producir lesiones en el sistema nervioso central y en el hígado o irritaciones en la piel tras una exposición prolongada.

### ***Riesgos biológicos***

Los microorganismos patogénicos pueden producir enfermedades por su ingestión accidental o bien por el ingreso a través de la piel ya sea por inoculación o inyección.

Las operaciones más peligrosas están relacionadas con el contacto mano – boca cuando se trabaja con materiales contaminados o la atmósfera que se forma al pipetear, centrifugar o mezclar muestras o cultivos. Por eso, es conveniente que luego de las tareas se utilice un jabón desinfectante para lavarse, empleando en lo posible alcohol para el enjuague.

Jamás deben pipetarse muestras de aguas residuales o contaminadas aspirando con la boca; usar siempre propipetas.

Las aguas residuales pueden contener una gran variedad de microorganismos, por lo cual es aconsejable que el material de vidrio utilizado se coloque en un recipiente con una solución desinfectante para que se descontamine antes de su lavado. Las pipetas no deben colocarse sobre las mesadas, carros de laboratorio o piletas sin hacer antes una desinfección adecuada mediante el uso de soluciones de compuestos de amonio cuaternario o de hipoclorito de sodio. Para el control de la exposición y el contacto, será necesario mantener una adecuada higiene personal, desinfectando con frecuencia las manos y las superficies de trabajo, y en algunos casos especiales promoviendo la vacunación del personal contra agentes infecciosos, en función de la naturaleza del trabajo.

### ***Riesgos físicos***

Aquí pueden distinguirse tres tipos de riesgos: eléctricos, mecánicos y por el manipuleo de gases comprimidos.

El uso incorrecto de instalaciones, conexiones y aparatos eléctricos puede producir explosiones, descargas o incendios, por lo cual deberán considerarse ciertas medidas preventivas asociadas con la puesta a tierra de los mismos, utilización de doble aislación o incorporación de tomas protegidos por interruptores. Asimismo, deberá disponerse de

protecciones y dispositivos de seguridad en correas de transmisión, poleas, ejes y otros tipos de aparatos mecánicos de transmisión, así como para el caso de equipos de laboratorio, tales como bombas de vacío, agitadores, centrífugas o trituradores.

Los cilindros de gases a presión también constituyen un riesgo potencial si no se manipulan de la forma adecuada. Pueden producirse explosiones si se registran fugas de gases inflamables, o bien producirse algún efecto sobre la salud si se trata de una sustancia tóxica o hasta provocar la muerte por sofocación en el caso de gases inertes.

#### **7.1.4. Manejo del Material de Vidrio**

Dentro de las prácticas estándares de seguridad, la más general es la utilización de máscaras para la protección de ojos y cara, necesarias para prevenir daños cuando se utilizan y manipulan elementos de vidrio. Se dispondrá de un recipiente o caja debidamente etiquetada, y designada para el almacenamiento de los elementos rotos y su posterior disposición.

Cuando se seleccione material de vidrio, se deberá prestar especial atención a sus características para asegurarse de que las mismas se ajustan al uso propuesto. Así por ejemplo, para filtración se seleccionarán frascos de vacío con salida para la succión (kitasatos). Cuando se utilicen piezas cortadas en el laboratorio, deberán limarse y pulirse los bordes antes de ser empleadas para evitar cortes y lesiones.

#### **7.1.5. Monitoreo de Salud en el Ambiente de Trabajo**

Para asegurar el funcionamiento del programa de seguridad en el laboratorio y la aplicación de medidas y procedimientos operativos tendientes a la minimización de la exposición del personal a las sustancias peligrosas, será necesario implementar un sistema de monitoreo de la calidad ambiental de las instalaciones de trabajo.

Se podrá implementar un sistema de medición de la concentración de sustancias químicas dentro del entorno de respiración de una persona, a través del uso de instrumentos basados en el bombeo de aire o bien en fenómenos de difusión, los cuales pueden medir compuestos orgánicos e inorgánicos en función del absorbente empleado.

En la actualidad se cuenta con una amplia variedad de monitores personales para la medición de la exposición a los contaminantes químicos del ambiente. A fin de efectuar un control microbiológico, suele realizarse un examen físico del empleado junto con el análisis hematológico, serológico, estudios de funciones bioquímicas y radiografía de tórax, al mismo tiempo que se hará un seguimiento continuo del cumplimiento de las reglas básicas de seguridad en el laboratorio.

### **7.2. MANEJO DE RESIDUOS**

Es de vital importancia la implementación de un programa de manejo de los residuos generados como consecuencia de las actividades desarrolladas en el laboratorio, a fin de disponer en forma segura y adecuada las sustancias químicas y biológicas utilizadas en el establecimiento.

A fin de brindar las condiciones adecuadas de almacenamiento de los residuos se deberá disponer de un área destinada para tal fin, separándose aquellos materiales altamente peligrosos o tóxicos. Por otra parte se utilizarán diferentes tipos de recipientes en función de las características de los residuos, siendo envases metálicos de seguridad para el caso de solventes y para materiales incompatibles. Puede llegar a ser necesario la utilización de envases especiales para los residuos altamente peligrosos, disponiéndose además de un empaquetado especial que asegure el aislamiento e integridad del mismo durante el transporte. Todos los envases deberán estar etiquetados en forma adecuada, consignando el tipo de residuo y sus características.

Los métodos de tratamiento y disposición de los residuos dependerán de sus características, pudiendo ser del tipo biológico, fisicoquímico o térmico. En algunos casos pueden llegar a recuperarse ciertos tipos de solventes para ser reutilizados en el laboratorio aunque en alguna aplicación menos exigente que la original o bien en un uso industrial externo al establecimiento.

En cuanto a los residuos biológicos, será necesario esterilizar todas las sustancias infecciosas o tóxicas, así como los instrumentos, aparatos y material de vidrio empleados y contaminados. El método de esterilización utilizado con mayor frecuencia es el tratamiento en autoclave, utilizándose una presión de 103 kPa con una temperatura en la cámara de al menos 121 °C y durante un mínimo de 15 minutos. El tiempo se mide a partir del momento en que el material a esterilizar alcanzó los 121 °C. Otra alternativa para la esterilización de materiales que no son de plástico, es la aplicación de calor seco y el tratamiento químico.

### **7.3. RESPUESTA ANTE EMERGENCIAS**

Ante un evento de emergencia, el oficial de seguridad es el responsable de minimizar la posibilidad de daños y perjuicios, manteniendo un listado de personal especializado cuya función es ayudar en la resolución de la situación de emergencia. Una emergencia es una circunstancia o condición imprevista que afecta de forma parcial las instalaciones, con un riesgo potencial para las instalaciones y el personal del establecimiento. Dentro de los eventos que pueden ocurrir se mencionan:

- Incendio.
- Accidentes de personas.
- Derrames de materias primas / insumos / productos.

Frente a una situación de emergencia se procederá a la evacuación del sector que se encuentre afectado, avisando al personal del estado de alerta y poniendo en marcha el plan de respuesta a emergencias. El objetivo de este plan estará dirigido a evacuar y alejar del área de emergencia a todas las personas que se encuentren en ella y a controlar o neutralizar en forma efectiva y con los medios disponibles la situación hasta que llegue la ayuda externa.

En caso de incendio o explosiones, la primera medida es alertar al personal del laboratorio y pedir ayuda; atacar el fuego inmediatamente con el equipamiento disponible aunque con la precaución de que no lo haga una sola persona y evitando quedar

atrapado por el fuego, es decir, buscando una posición tal que tenga una salida accesible; asistir al personal afectado y evacuar el edificio para evitar mayor daño.

Para el caso en que se produzcan derrames o pérdidas de tubos de gas o tanques, será necesario implementar acciones correctivas a fin de prevenir el desarrollo de situaciones más serias. Existen kits para el control de derrames consistentes en un material que no solamente absorbe los líquidos inflamables derramados, sino que además inhibe la producción de vapores, reduciendo de este modo la posibilidad de ignición. Muchas veces suele utilizarse papel seco y arcilla en polvo para absorber líquidos derramados, sin embargo, estos elementos no reducen el riesgo de incendio.

Si se presentara el caso de un accidente, como puede ser un ataque al corazón, pérdida de conocimiento o quemadura, deberá solicitarse ayuda manteniéndose cerca de la persona accidentada, evitando moverla hasta que llegue el personal especializado. En caso de que el accidente haya sido producido por una sustancia química se procederá de acuerdo a lo establecido en la correspondiente hoja de seguridad del producto en cuestión.

## **7.4. DISEÑO**

Los principales peligros en un laboratorio no son el fuego, las descargas eléctricas o los materiales corrosivos con los que se trabaja sino más bien el descuido y la irresponsabilidad.

Si bien en algunas oportunidades pueden registrarse percances debido a defectos en el diseño del laboratorio, con frecuencia los accidentes tienen lugar debido a problemas de mantenimiento o a la falta de aplicación de las precauciones necesarias. No obstante, el diseño del laboratorio puede contribuir a mejorar las condiciones de seguridad del mismo. Por ejemplo, deben evitarse los cambios de nivel en los pisos y es aconsejable que las juntas entre piso y pared sean curvadas, de modo de facilitar la limpieza.

Asimismo, conviene que los paneles de las puertas sean transparentes para reducir al mínimo la posibilidad de colisiones, y que las puertas abran hacia fuera. La instalación de servicios se hará con cañerías externas respetando el código de colores correspondiente.

La instalación de duchas de emergencia y de piletas lavaojos deberá estar prevista desde la etapa de diseño. Debe haber un número adecuado de salidas, teniéndose en cuenta que las salidas de emergencia sean visibles y de fácil acceso.

## 8. CRITERIOS PARA EL DISEÑO DEL LABORATORIO ANALITICO

### 8.1. INTRODUCCIÓN

Se entiende por laboratorio de control a aquél que puede realizar las siguientes tareas:

- El control de los distintos procesos que se llevan a cabo en la planta tratamiento.
- El control de la calidad del agua tratada que entra al sistema de distribución.
- El control de la calidad del agua en el sistema de distribución.

Probablemente en sistemas que abastecen a ciudades importantes, la tarea de control de calidad del agua tratada y la calidad del agua en la red esté a cargo de un Laboratorio Central en el que también se analizan líquidos residuales. En estos casos, la planta de potabilización deberá contar con un laboratorio dedicado exclusivamente al control y operación de los procesos mientras que el control de la calidad del agua final y del agua tratada en la red debe estar a cargo del Laboratorio Central.

Más allá de la estrategia de control de calidad, que el responsable de producción prevea, existen razones sanitarias que indican la conveniencia de contar con laboratorios propios para el control de parámetros de incidencia sanitaria que por la naturaleza de la fuente o su grado de exposición varían durante el tratamiento.

Por ejemplo, la determinación de cloro residual en la red de distribución de una instalación de provisión con agua subterránea o la determinación de la dosis de coagulante en plantas que tratan aguas superficiales turbias, son ejemplos de análisis de rutina, cuyos datos deben estar disponibles en forma permanente para el operador, si se pretende garantizar la calidad del agua tratada y corregir anomalías en el tratamiento.

Para cada uno de los casos que se presentan en esta sección, se especifican las determinaciones y ensayos que deberá realizar el Laboratorio de Control, que por supuesto, están vinculadas al tamaño de la planta. Los análisis especiales, como determinación de metales pesados, hidrocarburos, pesticidas, deberán ser derivados a laboratorios centrales o a laboratorios privados debidamente acreditados por organismos oficiales. En los casos en que deban diseñarse tratamientos especiales, podrá ser necesario incorporar alguna determinación para realizar en forma rutinaria, que no esté incluida en el listado.

Es importante señalar que se está desarrollando en el país un proceso de acreditación y certificación de laboratorios en el marco de la Norma Iram 301 que constatar la calidad de los mismos, cuando deban realizarse derivaciones.

Se describen, los requerimientos de espacio, equipamiento y personal para los laboratorios de control de las plantas de potabilización, según el tamaño de las mismas, que se cuantifica a través de la población a servir, y de acuerdo a la fuente de provisión (agua superficial o subterránea). Es necesario señalar que las dimensiones indicadas podrán reducirse si existe un Laboratorio Central con el cual exista una comunicación adecuada. El laboratorio central deberá estar debidamente equipado y tener capacidad suficiente para procesar las muestras que se deriven.

Los locales previstos se dividen en locales principales, como el Laboratorio de Química y de Microbiología y locales auxiliares como oficinas, depósitos, etc. Se ha previsto un espacio para la instalación de plantas piloto que deberá incluirse siempre que sea posible, sobre todo cuando en la planta de tratamiento existan tratamientos especiales, como adsorción, flotación, etc.

## **8.2. CONDICIONES QUE DEBEN CUMPLIR LOS LABORATORIOS**

En todo momento, deberá asegurarse la integridad y la seguridad de las muestras a ser analizadas, especialmente cuando se trata de muestras para demostrar si se cumple con las normas de calidad de agua potable.

El Laboratorio debe estar provisto de suficientes mesadas para el procesamiento de las muestras e instalaciones de gas, agua y electricidad estratégicamente ubicadas, así como un número adecuado de piletas de lavado.

Los instrumentos deben estar instalados en mesadas antivibratorias. Por razones de seguridad se procurará separar las zonas donde se analizan sustancias orgánicas de las inorgánicas. Los lugares donde se almacenan las drogas y las muestras deberán estar preservadas de cualquier tipo de contaminación.

Deberá contar asimismo, con espacios suficientes para guardar las drogas, el material de vidrio y el equipamiento portátil así como mesadas suficientes para los instrumentos y áreas para el lavado del material.

Los laboratorios deberán contar con adecuadas condiciones de temperatura, humedad y tener adecuada iluminación en las mesadas de trabajo.

Deberán contar con adecuadas instalaciones para almacenar y disponer los líquidos y sólidos residuales.

El laboratorio deberá contar con extintores de fuego, lavajos y duchas en número suficiente para el personal que trabaja en el mismo. Deberán preverse todas las medidas de protección y seguridad de acuerdo con lo establecido por la ley 19587 de Higiene y Seguridad en el Trabajo.

## **8.3. PERSONAL**

Los requerimientos de capacitación para el personal serán los siguientes:

### **8.3.1. Area Química**

#### ***Supervisor***

El Supervisor deberá tener al menos un título universitario en química o equivalente y por lo menos un año de experiencia en análisis de agua potable. Deberá poseer

conocimientos de aseguramiento de la calidad. Tendrá la responsabilidad inmediata de asegurar que todo el personal del laboratorio esté debidamente entrenado para realizar satisfactoriamente los análisis que se le han asignado y que todos los datos proporcionados por el laboratorio cumplan con los requisitos de aseguramiento de la calidad.

### ***Analista***

El analista de laboratorio deberá tener como mínimo un título de técnico químico y por lo menos un año de experiencia en análisis de agua potable. Si el analista es responsable de la operación de instrumentos analíticos, deberá haber seguido cursos de entrenamiento especiales a cargo de los proveedores del equipo o algún otro tipo de curso dictado por una institución calificada o realizar un período de aprendizaje con un analista experimentado. La duración del período de aprendizaje estará de acuerdo con la sofisticación del instrumento.

### ***Técnico***

El técnico de laboratorio deberá tener por lo menos un título secundario y un curso de entrenamiento bajo la supervisión de un analista experimentado y una experiencia de seis meses como mínimo en el análisis de agua potable.

### ***Extractores de muestras***

El personal que realiza la toma de muestras debe haber sido entrenado para la recolección de todo los tipos de muestras que debe coleccionar. Sus técnicas de muestreo deben ser revisadas por los analistas del laboratorio.

## **8.3.2. Area Microbiología**

### ***Supervisor***

El supervisor del área microbiología deberá tener un título universitario en biología, microbiología o equivalente. Los supervisores que tengan otro título deberán haber realizado un curso universitario sobre laboratorio de microbiología que incluya el tema de microbiología ambiental.

Si un supervisor con las características indicadas no está disponible, podrá ser sustituido por un consultor externo con la misma calificación, siempre que se demuestre que puede estar presente con la suficiente frecuencia como para supervisar las tareas que se realizan.

### ***Analista***

El analista deberá estar capacitado para realizar los análisis bacteriológicos con una supervisión mínima y deberá poseer al menos un título secundario y una experiencia no menor a tres meses en realización de análisis microbiológicos de agua o de alimentos.

## 8.4. REQUERIMIENTOS DE SUPERFICIES, PERSONAL Y EQUIPAMIENTO

### 8.4.1. Fuente de Provisión: agua superficial

#### *Plantas de Tratamiento para poblaciones de <50.000 habitantes*

Laboratorio Químico	
Parámetros	Equipamiento
Color	Estufa 180 °C
Dureza	Espectrofotómetro
Oxígeno disuelto	Mufla
Turbiedad	Turbidímetro
Cloro residual	Heladera
pH	Peachímetro
Sulfatos	Balanza de precisión
Conductividad	Conductímetro
Cloruros	Medidor de Oxígeno y electrodo
NH <sub>3</sub>	Material de vidrio y elementos de rutina de laboratorio
Alcalinidad	
Nitratos	
Nitritos	
Sólidos Disueltos Totales	
Aluminio residual	
Superficie	20 m <sup>2</sup>

Laboratorio Microbiológico	
Parámetros	Equipamiento
Coliformes Totales y Fecales	Estufa Cultivo
Bacterias Aerobias	Contador Colonias
Protistológico sumario:	Baño Termostatzado
Fito y zooplancton, cualitativo	Estufa esterilización
	Autoclave
	Campana de extracción de gases
	Balanza Granataria
	Heladera
	Destilador
	Cámara de Sedgwick-Rafter
	Microscopio binocular
	Lupa estereoscópica
Superficie	20 m <sup>2</sup>

Análisis de Materiales y Productos Químicos	
Parámetros	Equipamiento
Mantos Granulares (arena)	Serie de tamices
Cal	Material de Vidrio
Coagulante	
Cloro	
Superficie	9 m <sup>2</sup>

Ensayos de Dosificación	
Parámetros	Equipamiento
Dosis Coagulante	Equipos para ensayos de jarras (JarTest)
Demanda Cloro	
pH Saturación	Material de vidrio y varios
Superficie	6 m <sup>2</sup>

Archivos - Oficina	
Superficie	10 m <sup>2</sup>
<b>Superficie Total</b>	<b>65 m<sup>2</sup></b>

Personal	
Supervisor Area Química	1 (uno)
Analista Químico	1 (uno)
Analista microbiológico	1 (uno)
Extractor de Muestras	1 (uno)

### **Plantas de Tratamiento para poblaciones de 50.000 a 100.000 habitantes**

#### **Laboratorio Químico (2 Salas)**

En estos casos el laboratorio químico estará dividido en dos salas, una sala de trabajo y otra para el instrumental.

Parámetros	Equipamiento
Color	Medidor de Oxígeno Disuelto y electrodo Turbidímetro Espectrofotómetro Peachímetro Material de vidrio y varios Conductímetro Heladera Balanza de precisión Estufa 180 Oc Mufla
Flúor	
Turbiedad	
Dureza	
pH	
Cloro residual	
Conductividad	
Oxígeno Disuelto	
Alcalinidad	
Sulfatos	
Silice	
Cloruros	
Sólidos disueltos totales	
Nitritos	
Nitratos	
Amoníaco	
Aluminio residual	
Superficie	25 m <sup>2</sup>

### **Laboratorio Microbiológico (2 Salas)**

En estos casos el laboratorio contará con dos salas: una sala de trabajo y otra para los análisis protistológicos.

Parámetros	Equipamiento
Coliformes Totales y fecales	Estufa Cultivo
Bacterias Aerobias totales	Equipo de Filtración de Membrana
Protistológico sumario: zooplancton y fitoplancton	Estufa esterilización
	Autoclave
	Campana de extracción de gases
	Balanza Granataria
	Heladera
	Destilador
	Baño Termostatzado
	Contador de Colonias
	Microscopio binocular
	Lupa estereoscópica
	Cámara de Sedwick –Rafter
Superficie	25 m <sup>2</sup>

Análisis de Materiales y Productos Químicos	
Parámetros	Equipamiento
Mantos Granulares (arena)	Serie de Tamices Tyler
Cal	Material de Vidrio
Coagulante	
Cloro	
Superficie	9 m <sup>2</sup>

Ensayos de Dosificación	
Parámetros	Equipamiento
Dosis Coagulante	Equipos Agitadores para ensayo de
Demanda Cloro	jarras (JARTEST)
Dosis de Cal	
Superficie	8 m <sup>2</sup>

<b>Archivos – Oficina</b>	
Superficie	8 m <sup>2</sup>
<b>Depósito</b>	
Superficie	8 m <sup>2</sup>
<b>Instalaciones Planta Piloto</b>	
Superficie	10 m <sup>2</sup>
<b>Baño y Cocina</b>	
Superficie	7 m <sup>2</sup>
<b>Superficie Total</b>	<b>100 m<sup>2</sup></b>

Personal	
Supervisor Area Química	1 (uno)
Supervisor Area Microbiología	1 (uno)
Analista químico	1 (uno)
Analista microbiológico	1 (uno)
Auxiliar para extracción de muestras	1 (uno)

### ***Plantas de Tratamiento para poblaciones de 100.000 a 500.000 habitantes***

#### ***Laboratorio Químico (3 Salas)***

El laboratorio químico deberá tener tres salas : una sala para el instrumental, una sala de trabajo y una sala de lavado del material

Parámetros	Equipamiento
Turbiedad	Turbidímetro
Fenol	Balanza de precisión
pH	Balanza granatoria
Nitratos	Peachímetro
Conductividad	Electrodos Selectivos
Color	Conductímetro
Alcalinidad	Estufa 180 Oc
Fluoruro	Medidor de Oxígeno Disuelto
Cloro	Espectrofotómetro
Sabor y Olor	Test DPD
NH <sub>3</sub>	Mufla
Detergentes	M.V. y varios
Nitritos	Heladera
SDT	
Cloruro	
DQO	
Sulfato	
Aluminio	
Oxígeno Disuelto	
Dureza	
Superficie	45 m <sup>2</sup>

### Laboratorio Microbiológico (2 Salas)

Una sala para bacteriología

Una sala para protistología

Parámetros	Equipamiento
Coliformes	Estufa 37°
Bacterias Aerobias	Estufa 180°
Ps. Aeruginosa	Autoclave
Protistológico	Campana
	Balanza 150 g
	Balanza granatoria 2.000 g
	Heladera
	Destilador
	Baño María
	Contador de Colonias
	Microscopio
	Filtros de Membrana
	Cámara
	Centrífuga
	Lupa estereoscópica
Superficie	25 m <sup>2</sup>

Ensayos de Dosificación	
Parámetros	Equipamiento
Dosis Coagulante	Equipos Agitadores JARTEST
Dosis Cloro	Mat. de Vidrio
pH Saturación	
Superficie	8 m <sup>2</sup>

Análisis de Materiales	
Parámetros	Equipamiento
Mantos Granulares (arena)	Tamices
Cal	M.V. - Mufla
Coagulante	M.V. y varios
Cloro	
Superficie	9 m <sup>2</sup>

<b>Ensayos en Planta Piloto</b>	
Superficie	16 m <sup>2</sup>
<b>Archivos - Oficina</b>	
Superficie	10 m <sup>2</sup>
<b>Almacenamiento y Depósito</b>	
Superficie	15 m <sup>2</sup>
<b>Baño y Cocina</b>	
Superficie	7 m <sup>2</sup>
<b>Superficie Total</b>	<b>135 m<sup>2</sup></b>

Personal	
<b>Laboratorio Químico:</b>	
Supervisor	1 (uno)
Analista	1 (uno)
Técnico	2 (dos)
Extractor de Muestras	1 (uno)
<b>Laboratorio Microbiológico:</b>	
Supervisor	1 (uno)
Analista	2 (dos)

#### 8.4.2. Fuente de Provisión: Aguas Subterráneas

##### *Plantas de Tratamiento para poblaciones de < 50.000 habitantes*

Laboratorio Químico y Bacteriológico	
Parámetros	Equipamiento
Color	Colorímetro
Dureza	Balanza granatoria 2000g
Turbiedad	Turbidímetro
pH	Heladera
Conductividad	Peachimetro
Cloro Residual	Microscopio
Coliformes Totales y Fecales	Conductímetro
Nitratos	Baño termostatzado
Nitritos	Equipo DPD
NH <sub>3</sub>	Balanza precisión 0.1 mg
	Contador Colonia
	Estufa Cultivo
	Estufa esterilización
	Autoclave
Superficie	22 m <sup>2</sup>

<b>Archivos – Oficina</b>	
Superficie	8 m <sup>2</sup>
<b>Superficie Total</b>	<b>30 m<sup>2</sup></b>

<b>Personal</b>	
Supervisor Area Química	1 (uno)
Analista microbiológico	1 (uno)
Extractor de muestras	1 (uno)

**Plantas de Tratamiento para poblaciones de >50.000**

Laboratorio- Químico y Microbiológico	
Parámetros	Equipamiento
pH	Horno Mufla
Sólidos Disueltos Totales	Microscopio
Alcalinidad	Baño Termostatzado
Cloruros	Espectrofotómetro
Sulfatos	Contador de Colonia
Nitratos, Nitritos, NH <sub>3</sub>	Estufa
Dureza	Balanza granatoria 2000 g
Calcio y Magnesio	Baño Maria
Mg, Fe y Mn *	Autoclave
Arsénico*	Campana Extractora de gases
Fluor *	Estufa de esterilización
Cloro residual	Bomba de vacío
Coliformes fecales y totales	Balanza de precisión 0.1mg
	Estufa de Cultivo
	Heladera
	Equipo DPD
	Filtro de Membrana
	Conductímetro
	Destilador de agua
	Peachímetro
	Colorímetro
	Turbidímetro
Superficie	35 m <sup>2</sup>

\* estas determinaciones se efectuarán cuando el agua a tratar contenga dichos compuestos

<b>Archivos – Oficina</b>		
Superficie		10 m <sup>2</sup>
<b>Almacenamiento - Depósito</b>		
Superficie		10 m <sup>2</sup>
<b>Baño y cocina</b>		
Superficie		7 m <sup>2</sup>
<b>Superficie Total</b>		<b>62 m<sup>2</sup></b>

	Personal	
Supervisor Area Química		1 (uno)
Analista Químico		1 (uno)
Analista microbiológico		1 (uno)
Extractor de muestras		2 (dos)

## 9. REFERENCIAS

- A Text-Book of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementary Instrumental Analysis. Third Edition. - Vogel A., Longman (1961).
- A.C. Harrison. "Steps Towards Total Quality". Anal. Proc. (London) 27.301.1990.
- ABNT, Projeto De Estação De Tratamento De Agua Para Abastecimiento Público nb –592,1989, Brasil.
- Analytical Methods Manual. Inland Waters Directorate. Water Quality Branch – Canadá (1979).
- Angel Ríos, Universidad de Córdoba, España, Curso Regional de Gestión de la Calidad, Montevideo (Uruguay), 1998.
- B. E. Broderick et al. "A Journey Through Quality Control" Microchim. Acta. II.523.1991.
- C. H. Dempsey y J.D. Petty. "Laboratory Accreditation and Data Certification. A System for Success". Lewis Pu.Michigan.1991.
- Cctw Safety Manual. - Canadá Centre for Inland Waters (1981).
- Chemical Aids Manual for Wastewater Treatment Facilities. - USEPA, Office of Water Program Operations (WH-547), EPA 430/9-79-018 (1979).
- Chemical Aids Manual for Wastewater Treatment Facilities. - USEPA, Office of Water Program Operations (WH-547), EPA 430/9-79-018 (1979).
- E. G Schilling. "Acceptance Sampling in Quality Control". Marcel Dekker Inc. New York. 1982
- E. L. Grant y R.S. Leavenwerth. "Statistical Quality Control" ( 6<sup>th</sup>. ed ) Mc Graw-Hill Inc. New York. 1988.
- Environmental Investigations Standard Operating Procedures and Quality Assurance Manual. - USEPA, Region 4 (1996).
- F. M Garfiel. "Laboratory Quality Assurance. A Rationale for Credibility". Trends. Anal. Chem. 4.162.1985.
- F. M. Garfield. "Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories". AOAC. Arlington. 1984.
- G. Kateman y F. W. Piskers. "Quality control in Analytical Chemistry". Wiley. New York.1981.
- Handbook for Analytical Quality Control in Water and Wastewater Laboratories, EPA 600/4-79-019 (1979).
- J. C. Miller y J.N. Miller. "Statistics for Analytical Chemistry" Ellis Horwood. Chichester.1988.
- J. K. Talylor. "Statistical Techniques for Data Analysis". Lewis Pu. Michigan.1990.

- J. K. Taylor. "Validation of Analytical Methods". Anal. Chem. 55.600<sup>a</sup>.1983.
- J. M. Juran y F. M. Gryna. "Juran's Quality Handbook" (4<sup>th</sup>. ed) Mc Graw Hill Inc. New York. 1988.
- J. Sabater y A. Vilumara. " Las Buenas Prácticas de Laboratorio" Ediciones Díaz de Santos. Madrid. 1988.
- J.K.Taylor. "Quality Assurance of Chemical Measurements". Lewis Pu. Michigan. 1987
- J.P. Dux . "Handbook of Quality Assurance for the Analytical Laboratory". Van Nostrand Reinhold. New York. 1990.
- L. Walsh R. Wurster y R. J. Kimber. "Quality Management Handbook". Marcel Dekker Inc. New York. 1986.
- M. Blanco y V. Cerda. "Quimiometría" Universidad de Barcelona. 1988.
- M. Valcarcel. " Analitic Chemistry Today". Quim. Anal. 9.225.1990
- Manual de métodos analíticos, Centro de Tecnología del Uso del Agua, Instituto Nacional de Ciencia y Técnicas Hídricas (INCyTH), (1986).
- Manual for the Certification of Laboratories Analyzing Drinking Water. Criteria and Procedures Quality Assurance Fourth Edition. - USEPA, Office of Ground Water and Drinking Water, EPA 815-B-97-001 (1997).
- "Materiales de Referencia para Análisis de Productos Agroalimentarios". Ministerio de Sanidad y Consumo. Instituto Nacional de Consumo. Madrid. 1990.
- "Normalización y Certificación en la CEE del 93". AENOR. Madrid.1990.
- P.T. Howanitz y J. H. Howanitz. "Laboratory Quality Assurance" Mc Graw Hill Inc. New York. 1987.
- Programa sobre Monitoreo y Evaluación Global de la Calidad del Agua. Guía Operativa GEMS/AGUA, 3ra. Edición. Capítulo II: Frecuencia y Métodos de Muestreo. - UNEP, WHO, UNESCO, WMO (1994).
- R. J. Mesley. W. D. Pocklington y R.F. Walker "Analytical Quality Assurance. I. Reviewx". Analyst. 116.975.1991.
- R. R. Mahaffey. "LIMS. Applied Information Technology for the Laboratory" Van Nostrand. Reinhold. New York. 1990.
- R.A. Nadkarni. "The Quest for Quality in the Laboratory" Anal. Chem. 63.675<sup>a</sup>.1991.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 18<sup>TH</sup> edition. Washington. D C. - American Public Health Association (1981).
- T.A. Ratliff Jr. "The Laboratory Quality Assurance System". Van Nostrand Reinhold. New York. 1990.
- Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical/Chemical Methods. Chapter 9: Sampling Plan. - USEPA, Office of Solid Waste, EPA SW-846 (1986).

- U.S. EPA, Manual For The Certification Of Laboratories Analyzing Drinking Water, Criteria And Procedures, Quality Assurance, fourth edition, march 1997.
- W. D. Pocklington. "Guidelines for the Development of Standard Methods by Collaborative Study" (5<sup>th</sup>. ed ) Laboratory of Government Chemist. Teddington. UK. 1990.
- W. R. Ott y E. G. Schilling. "Process Quality Control" (2<sup>nd</sup>. ed.) Mc Graw Hill Inc. New York. 1990.
- W. Willborn. "Quality Menagement System. A Planningand Auditing Guide". Industrial Press Inc. New York. 1988.
- W.Y. Garner y M.S. Barge. "Good Laboratory Practices. An. Agrochemical Perspective" ACS Symposium Series. Washington DC.1988.
- Waste Analysis at Facilities that Generate, Treat, Store and Dispose of Hazardous Waste. A Guidance Manual. - USEPA, Office of Solid Waste and Emergency Response, EPA 530/R-94/024 (1994).

## 10. ANEXO

### 10.1. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Una solución es un sistema homogéneo constituido por dos o más componentes en una sola fase, pudiendo ser del tipo sólido-sólido; líquido-líquido; gas-gas; sólido-líquido; líquido-gas o sólido-gas.

Dentro de las soluciones se deben distinguir los siguientes componentes:

- Soluta: Componente que se encuentra en menor proporción.
- Solvente: Componente que se encuentra en mayor proporción y que va a tener el mismo estado de agregación que la solución final.

Las unidades para expresar la concentración del soluto en el solvente se clasifican en expresiones físicas y químicas. Dentro de las físicas se encuentran:

- % p/p: gramos de soluto por 100 gramos de solución.
- % p/v: gramos de soluto por 100 mililitros de solución.
- Gramos de soluto por 100 gramos de solvente.
- Mililitros de soluto por 100 mililitros de solvente.

Dentro de las expresiones químicas se pueden mencionar:

- **Normalidad (N):**

Número de equivalentes gramo por cada 1000 mililitros de solución. En el caso de un ácido, el equivalente será la masa molecular dividida por el número de oxidación del hidrógeno y multiplicado por la cantidad de átomos de hidrógeno que posea el ácido. El caso de una base es similar, excepto en el hecho que se consideran los grupos oxidrilos en lugar de los protones. En el caso de las sales el equivalente será el número de oxidación del metal multiplicado por el número de átomos que dicha sal posea.

**Ejemplos:**

$$\text{Ácido Sulfúrico (H}_2\text{SO}_4\text{)} \quad eq = \frac{98}{2} = 49$$

$$\text{Hidróxido de bario (Ba(OH)}_2\text{)} \quad eq = \frac{171,33}{2} = 85,66$$

$$\text{Sulfato Férrico (Fe}_2\text{(SO}_4\text{)}_3\text{)} \quad eq = \frac{299,6}{6} = 49,93$$

Donde:

eq = equivalente gramo

- **Molaridad (M):**

Número de moles por cada 1000 mililitros de solución, siendo un mol igual a la masa molecular de la sustancia.

**Ejemplos:**

Cloruro de sodio (NaCl)                      mol = 58,5 gramos

Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>)                      mol = 63 gramos

## 10.2. PREPARACIÓN DE MEDIOS DE CULTIVO

### *Procedimientos generales*

#### **Conservación de medios de cultivo**

Los medios deshidratados (en polvo) se conservarán, dentro de botellas bien cerradas, en lugares oscuros, a menos de 30° C y en una atmósfera poco húmeda. No se utilizarán si presentan alteraciones de color o están apelmazados y han perdido su carácter de polvo suelto. Los medios deshidratados se podrán adquirir en pequeñas cantidades y se utilizarán dentro de los 6 meses siguientes a la apertura del envase. Además, se utilizarán medios deshidratados con agentes selectivos, como azida de sodio, sales biliares o sus derivados, antibióticos, aminoácidos sulfurados, etc., con un número de lote relativamente actual (hasta un año a partir de su compra) como forma de mantener una selectividad óptima.

Se prepararán los medios de cultivo en lotes que se utilizarán en menos de 1 semana. Sin embargo, en tubos con tapón de rosca los medios pueden guardarse hasta 3 meses. Los medios se mantendrán protegidos de la luz directa del sol, y se evitará su contaminación y evaporación excesiva.

Los medios líquidos contenidos en tubos de fermentación, si se guardan en heladera o incluso a temperaturas moderadamente baja, pueden disolver una cantidad de aire suficiente para producir burbujas en el tubo tras la incubación a 35° C. Por lo tanto, todos los tubos de fermentación que hayan estado guardados a baja temperatura, se incubarán durante una noche antes de utilizarlos, desechándose los que contengan aire.

Los tubos de fermentación pueden guardarse a una temperatura de alrededor de 25° C; sin embargo, como en estas condiciones la evaporación puede ser rápida y dar lugar a importantes alteraciones de la concentración de los ingredientes, no deberán permanecer a esta temperatura más de 1 semana. Se desecharán los tubos cuya pérdida por evaporación sea superior a 1 mL.

### **Ajuste de la reacción**

Se establecerá la reacción de los medios de cultivo en términos de concentración de iones hidrógeno, expresada como pH. El aumento de la concentración de iones hidrógeno (descenso del pH) durante la estabilización presentará ligeras variaciones de acuerdo con el tipo de esterilizador utilizado, por lo que será preciso conocer la reacción inicial necesaria para obtener una reacción final correcta. El descenso de pH suele ser de 0,1 a 0,2, pero puede llegar a 0,3 en medios de potencia doble. Cuando en el medio existen sales tamponadoras del tipo de los fosfatos, el valor de la disminución del pH es inapreciable.

Se harán pruebas con ayuda de un peachímetro para controlar el ajuste y conseguir la concentración de iones de hidrógeno requerida. Se titula un volumen conocido del medio con una solución de NaOH hasta alcanzar el pH deseado. Se calcula la cantidad de solución de NaOH que habrá que añadir para que la totalidad del medio alcance esa reacción y, tras añadirla y mezclarla cuidadosamente, se comprueba la reacción, ajustando el medio cuando sea necesario. El pH final viene señalado en las instrucciones de preparación de cada medio. Si no se prescribe un pH determinado, no es necesario ajustar el medio.

Si se reconstruyen los medios deshidratados, siguiendo las instrucciones correspondientes, rara vez es necesario ajustar el pH; errores en la pesada del medio deshidratado o un sobrecalentamiento del medio reconstruido pueden dar lugar a valores de pH inaceptables. Hay que medir sistemáticamente el pH, sobre todo el de los medios selectivos rehidratados, para garantizar el control de calidad y asegurar el cumplimiento de las especificaciones de preparación.

### **Esterilización**

Tras rehidratar un medio, hay que verterlo rápidamente en los vasos de cultivo y esterilizarlo dentro de las 2 horas siguientes. No deben conservarse medios no esterilizados.

Se esterilizarán todos los medios, salvo los caldos con azúcar o los caldos con otras especificaciones, en un autoclave a 121° C durante 15 minutos una vez alcanzada dicha temperatura. Cuando la presión llega a cero, se retiran los medios del autoclave y se enfrían rápidamente para evitar la descomposición de los azúcares por una exposición prolongada al calor. Para favorecer un calentamiento uniforme y un enfriamiento rápido, los materiales se colocarán de forma holgada en recipientes pequeños. Los caldos con azúcar se esterilizan a 121° C durante 12-15 minutos. El tiempo máximo de exposición de los caldos con azúcar a cualquier clase de calor (desde el momento del cierre del autoclave cargado hasta la descarga) es de 45 minutos. Se utilizará preferentemente un autoclave de doble pared que permita realizar un precalentamiento antes de introducir la carga y reducir, con ello, el tiempo total de calentamiento a menos de 45 minutos.

### 10.3. TABLAS UTILES

***Pesos Atómicos Relativos. Tabla Internacional***

Elemento	Símbolo	N° atómico	Peso atómico
Actinio	Ac	89	227,0278
Aluminio	Al	13	26,98154
Americio	Am	95	(243)
Antimonio	Sb	51	121,75
Argón	Ar	18	39,948
Arsénico	As	33	74,9216
Astato	At	85	(210)
Azufre	S	16	32,06
Bario	Ba	56	137,33
Berilio	Be	4	9,01218
Berkelio	Bk	97	(247)
Bismuto	Bi	83	208,9804
Boro	B	5	10,81
Bromo	Br	35	79,904
Cadmio	Cd	48	112,41
Calcio	Ca	20	40,08
Californio	Cf	98	(251)
Carbono	C	6	12,011
Cerio	Ce	58	140,12
Cesio	Cs	55	132,9054
Cinc	Zn	30	65,38
Circonio	Zr	40	91,22
Cloro	Cl	17	35,453
Cobalto	Co	27	58,9332
Cobre	Cu	29	63,546
Cromo	Cr	24	51,996
Curio	Cm	96	(247)
Disprosio	Dy	66	162,50
Einsteinio	Es	99	(252)
Erbio	Er	68	167,26
Estaño	Sn	50	118,69
Estroncio	Sr	38	87,62
Europio	Eu	63	151,96
Fermio	Fm	100	(257)
Flúor	F	9	18,998403
Fósforo	P	15	30,97376
Francio	Fr	87	(223)
Gadolinio	Gd	64	157,25
Galio	Ga	31	69,72
Germanio	Ge	32	72,59
Hafnio	Hf	72	178,49
Helio	He	2	4,00260
Hidrógeno	H	1	1,0079
Hierro	Fe	26	55,847
Holmio	Ho	67	164,9304
Indio	In	49	114,82
Iodo	I	53	126,9045
Iridio	Ir	77	192,22
Kriptón	Kr	36	83,80
Lantano	La	57	138,9055
Lanrencia	Lr	103	(260)
Litio	Li	3	6,941
Lutecio	Lu	71	174,967
Magnesio	Mg	12	24,305

Elemento	Símbolo	N° atómico	Peso atómico
Manganeso	Mn	25	54,9380
Mendelevio	Md	101	(258)
Mercurio	Hg	80	200,59
Molibdeno	Mo	42	95,94
Neodimio	Nd	60	144,24
Neón	Ne	10	20,179
Neptunio	Np	93	237,0482
Niobio	Nb	41	92,9064
Níquel	Ni	28	58,70
Nitrógeno	N	7	14,0067
Nobelio	No	102	(259)
Oro	Au	79	196,9665
Osmio			
Oxígeno	O	8	15,9994
Paladio	Pd	46	106,4
Plata	Ag	47	107,868
Platino	Pt	78	195,09
Plomo	Pb	82	207,2
Plutonio	Pu	94	(244)
Polonio	Po	84	(209)
Potasio	K	19	39,0983
Praseodimio	Pr	59	140,9077
Promecio	Pm	61	(145)
Protactinio	Pa	91	231,0359
Radio	Ra	88	226,0254
Radón	Rn	86	(222)
Renio	Re	75	186,207
Rodio	Rh	45	102,9055
Rubidio	Rb	37	85,4678
Rutenio	Ru	44	101,07
Samario	Sm	62	150,4
Scandio	Sc	21	44,9559
Selenio	Se	34	78,96
Silicio	Si	14	28,0855
Sodio	Na	11	22,98977
Talio	Tl	81	204,37
Tantalo	Ta	73	180,9479
Tecnecio	Tc	43	(98)
Telurio	Te	52	127,60
Terbio	Tb	65	158,9254
Titanio	Ti	22	47,90
Torio	Th	90	232,0381
Tulio	Tm	69	168,9342
Unnilhexio	Unh	106	(263)
Unnilpentio	Unp	105	(262)
Unnilquadio	Unq	104	(261)
Uranio	U	92	238,029
Vanadio	V	23	50,9415
Wolframio	W	74	183,85
Xenón	Xe	54	131,30
Yterbio	Yb	70	173,04
Ytrio	Y	39	88,9059

Referencia: Unión Internacional de Química Pura y Aplicada – IUPAC.

**Nota:** Los valores entre paréntesis corresponden a elementos radioactivos cuyos pesos no pueden expresarse con mayor precisión sin conocer otros datos como por ejemplo el origen.

**Conversión de unidades de temperatura**

**(1)**

$$^{\circ}\text{C} = \frac{^{\circ}\text{F} - 32}{1,8}$$

$$^{\circ}\text{F} = 1,8 \cdot ^{\circ}\text{C} + 32$$

$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{F}$
0	32,0	26	78,8	51	123,8	76	168,8
1	33,8	27	80,6	52	125,6	77	170,6
2	35,6	28	82,4	53	127,4	78	172,4
3	37,4	29	84,2	54	129,2	79	174,2
4	39,2	30	86,0	55	131,0	80	176,0
5	41,0	31	87,8	56	132,8	81	177,8
6	42,8	32	89,6	57	134,6	82	179,6
7	44,6	33	91,4	58	136,4	83	181,4
8	46,4	34	93,2	59	138,2	84	183,2
9	48,2	35	95,0	60	140,0	85	185,0
10	50	36	96,8	61	141,8	86	186,8
11	51,8	37	98,6	62	143,6	87	188,6
12	53,6	38	100,4	63	145,4	88	190,4
13	55,4	39	102,2	64	147,2	89	192,2
14	57,2	40	104,0	65	149,0	90	194,0
15	59,0	41	105,8	66	150,8	91	195,8
16	60,8	42	107,6	67	152,6	92	197,6
17	62,2	43	109,4	68	154,4	93	199,4
18	64,4	44	112,2	69	156,2	94	201,2
19	66,2	45	113,0	70	158,0	95	203,0
20	68,0	46	114,8	71	159,8	96	204,8
21	69,8	47	116,6	72	161,6	97	206,6
22	71,6	48	118,4	73	163,4	98	208,4
23	73,4	49	120,2	74	165,2	99	210,2
24	75,2	50	122	75	167,0	100	212,0
25	77,0						

A $^{\circ}\text{C}$	A $^{\circ}\text{F}$
0,1	0,18
0,2	0,36
0,3	0,54
0,4	0,72
0,5	0,90
0,6	1,08
0,7	1,26
0,8	1,44
0,9	1,62
1,0	1,80

A $^{\circ}\text{F}$	A $^{\circ}\text{C}$
0,1	0,06
0,2	0,11
0,3	0,17
0,4	0,22
0,5	0,28
0,6	0,34
0,7	0,39
0,8	0,45
0,9	0,50
1,0	0,56

**Conversión miligramos/litro miliequivalentes/litro**

**(2)**

<b>Cationes</b>	<b>meq./L = mg/L x</b>	<b>meg./L = mq . /L x</b>
Al <sup>+3</sup>	0,1112	8,994
As <sup>+3</sup>	0,04005	24,97
Ba <sup>+2</sup>	0,01456	68,67
B <sup>+3</sup>	0,2775	3,604
Ca <sup>+2</sup>	0,04990	20,04
Cr <sup>+3</sup>	0,05770	17,33
Cu <sup>+2</sup>	0,03148	31,77
Fe <sup>+2</sup>	0,03581	27,92
Fe <sup>+3</sup>	0,05372	18,62
H <sup>+</sup>	0,9921	1,008
K <sup>+</sup>	0,02557	39,10
Li <sup>+</sup>	0,1441	6,939
Mg <sup>+2</sup>	0,08226	12,16
Mn <sup>+2</sup>	0,03640	27,47
Mn <sup>+4</sup>	0,07281	13,73
Na <sup>+</sup>	0,04350	22,99
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	0,05544	18,04
Pb <sup>+2</sup>	0,009653	103,6
Sr <sup>+2</sup>	0,02283	43,81
Zn <sup>+2</sup>	0,03060	32,69

<b>Aniones</b>	<b>meq./L = mg/L x</b>	<b>meg./L = mq . /L x</b>
BO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0,02336	42,81
Br <sup>-</sup>	0,01251	79,91
Cl <sup>-</sup>	0,02821	35,45
CO <sub>3</sub> <sup>-2</sup>	0,03333	30,00
CrO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	0,01724	58,00
F <sup>-</sup>	0,05264	19,00
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0,01639	61,62
HPO <sub>4</sub> <sup>=</sup>	0,02084	47,99
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	0,01031	96,99
HS <sup>-</sup>	0,03024	33,07
HSO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0,01233	81,07
HSO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	0,01030	97,09
I <sup>-</sup>	0,007880	126,9
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0,02174	46,01
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0,01613	62,00
OH <sup>-</sup>	0,05880	17,01
PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	0,03159	31,66
S <sup>-2</sup>	0,06238	16,03
SiO <sub>3</sub> <sup>-2</sup>	0,02629	38,04
SO <sub>3</sub> <sup>-2</sup>	0,02498	40,03
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	0,02083	48,03

**Factores de conversión para compuestos de nitrógeno (3)**

$$\text{mg/L N-NO}_3 \times 4,43 = \text{mg/L NO}_3$$

$$\text{mg/L N-NH}_3 \times 1,216 = \text{mg/L NH}_3$$

$$\text{mg/L N-NH}_3 \times 1,288 = \text{mg/L NH}_4^+$$

$$\text{mg/L N-NO}_2 \times 3,29 = \text{mg/L NO}_2$$

**Factores de conversión para compuestos de fósforo (4)**

$$\text{mg/L P-PO}_4 \times 3,066 = \text{mg/L PO}_4$$

$$\text{mg P} \times 2,291 = \text{mg P}_2\text{O}_5$$

$$\text{mg P} \times 3,959 = \text{mg Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$$

**Factores de conversión para dureza (5)**

$$\text{mg Ca} \times 2,497 = \text{mg CaCO}_3$$

$$\text{mg Mg} \times 4,117 = \text{mg CaCO}_3$$

**Cálculo de carbonato, bicarbonato e hidróxido a partir de la relación entre la alcalinidad total y A la fenolftaleína (6)**

T = Alcalinidad Total

F = Alcalinidad a la fenolftaleína

1). F = 0

Hidróxido = 0

Carbonato = 0

Bicarbonato = T x 1,219

Bicarbonato como  $\text{CO}_3\text{Ca}$  = T

2). F <  $\frac{1}{2}$  T

Hidróxido = 0

Carbonato = F x 1,2

Carbonato como  $\text{CO}_3\text{Ca}$  = 2 F

Bicarbonato = (T - 2 F) x 1,219

Bicarbonato como  $\text{CO}_3\text{Ca}$  = T - 2 F

3). F >  $\frac{1}{2}$  T

Hidróxido = (2 F - T) x 0,3399

Hidróxido como  $\text{CO}_3\text{Ca}$  = 2 F - T

Carbonato = 2 (T - F) x 0,6

Carbonato como  $\text{CO}_3\text{Ca}$  = 2 (T - F)

Bicarbonato = 0

4).  $T = F$

Hidróxido =  $T \times 0,3399$

Hidróxido como  $\text{CO}_3\text{Ca} = T$

Carbonato = 0

Bicarbonato = 0

5).  $F = \frac{1}{2} T$

Hidróxido = 0

Carbonato =  $2 F \times 0,6$

Carbonato como  $\text{CO}_3\text{Ca} = 2 F$

Bicarbonato = 0

### **Soluciones alcalinas y ácidas comúnmente usadas para neutralizar (7)**

#### *Hidróxido de Sodio*

Concentración	Masa NaOH g	Volumen final ml
50% P/V	500	1000
8 N	320	1000
6 N	240	1000
1 N	40	1000
0,1 N	4	1000

#### *Hidróxido de Amonio*

Concentración	Volumen de $\text{NH}_4\text{OH}$ concentrado 15 N ml	Volumen final ml
5 N	333	1000
3 N	200	1000
1 N	67	1000
0,2 N	13	1000

#### *Ácido Sulfúrico*

Concentración	Volumen $\text{H}_2\text{SO}_4$ 95 – 97% P/V ml	Volumen final ml
18 N	500	1000
6 N	167	1000
1 N	28	1000
0,1 N	2,8	1000

*Acido Clorhídrico*

Concentración	Volumen de HCl 37% P/V ml	Volumen final ml
6 N	500	1000
1 N	83	1000
0,1 N	8,3	1000

*Acido Nítrico*

Concentración	Volumen de HNO <sub>3</sub> 65% P/V ml	Volumen final ml
6 N	380	1000
1 N	64	1000
0,1 N	6,4	1000

**Preparación de soluciones buffer**

**(8)**

Soluciones estándares/molaridad	pH a 25° C	Peso de las drogas por 1000 ml de solución acuosa a 25° C
<u>Estándares primarios:</u>		
Tartrato ácido de potasio (saturado a 25° C)	3,557	6,4 g KHC <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub> *
0,05 Citrato diácido de potasio	3,776	11,41 g KH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub>
0,05 Ftalato ácido de potasio	4,008	10,12 g KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub>
0,025 Fosfato diácido de potasio + 0,025 Fosfato ácido de sodio.	6,865	3,388 g KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> + 3,533 g Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> **
0,008695 Fosfato diácido de potasio + 0,03043 Fosfato ácido de sodio.	7,413	1,179 g KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> + 4,302 g Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> **
0,01 Borato de sodio decahidratado. (Bórax)	9,180	3,80 g Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> · 10 H <sub>2</sub> O **
0,025 Bicarbonato de sodio + 0,025 Carbonato de sodio	10,012	2,092 g NaHCO <sub>3</sub> + 2,640 g Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
<u>Estándares secundarios:</u>		
0,05 Tetroxalato de potasio deshidratado	1,679	12,61 g KH <sub>3</sub> C <sub>4</sub> O <sub>8</sub> · 2 H <sub>2</sub> O
Hidróxido de sodio (saturado a 25° C)	12,454	1,5 g Ca(OH) <sub>2</sub> *

\* Solubilidad aproximada

\*\* Preparado con agua destilada recientemente hervida y enfriada

**Solubilidad de oxígeno en agua en función de la temperatura**

**(9)**

Temperatura ° C	O.D. mg/L	Temperatura ° C	O.D. mg/L
0	14,60	21	8,90
1	14,19	22	8,72
2	13,81	23	8,56
3	13,44	24	8,40
4	13,09	25	8,24
5	12,75	26	8,09
6	12,43	27	7,95
7	12,12	28	7,81
8	11,83	29	7,67
9	11,55	30	7,54
10	11,27	31	7,41
11	11,01	32	7,28
12	10,76	33	7,16
13	10,52	34	7,05
14	10,29	35	6,93
15	10,07		
16	9,85		
17	9,65		
18	9,45		
19	9,26		
20	9,07		

**Solubilidad de oxígeno en agua en función del cloruro existente**

**(10)**

Temperatura ° C	Concentración de cloruro en agua mg/l				
	0	5.000	10.000	15.000	20.000
0	14,60	13,72	12,90	12,13	11,41
1	14,19	13,35	12,56	11,81	11,11
2	13,81	12,99	12,23	11,51	10,83
3	13,44	12,65	11,91	11,22	10,56
4	13,09	12,33	11,61	10,94	10,30
5	12,75	12,02	11,32	10,67	10,05
6	12,43	11,72	11,05	10,41	9,82
7	12,12	11,43	10,78	10,17	9,59
8	11,83	11,16	10,53	9,93	9,37
9	11,55	10,90	10,29	9,71	9,16
10	11,27	10,65	10,05	9,49	8,96
11	11,01	10,40	9,83	9,28	8,77
12	10,76	10,17	9,61	9,08	8,58
13	10,52	9,95	9,41	8,89	8,41
14	10,29	9,73	9,21	8,71	8,24
15	10,07	9,53	9,01	8,53	8,07
16	9,85	9,33	8,83	8,36	7,91
17	9,65	9,14	8,65	8,19	7,78
18	9,45	8,95	8,48	8,03	7,61
19	9,26	8,77	8,32	7,88	7,47
20	9,07	8,60	8,16	7,73	7,33
21	8,90	8,44	8,00	7,59	7,20
22	8,72	8,28	7,85	7,45	7,07
23	8,56	8,12	7,71	7,32	6,95
24	8,40	7,97	7,57	7,19	6,83
25	8,24	7,83	7,44	7,06	6,71
26	8,09	7,69	7,31	6,94	6,60
27	7,95	7,55	7,18	6,83	6,49
28	7,81	7,42	7,06	6,71	6,38
29	7,67	7,30	6,94	6,60	6,28
30	7,54	7,17	6,83	6,49	6,18
31	7,41	7,05	6,71	6,39	6,08
32	7,28	6,94	6,61	6,29	5,99
33	7,16	6,82	6,50	6,19	5,90
34	7,05	6,71	6,40	6,10	5,81
35	6,93	6,61	6,30	6,01	5,72