



**UNIVERSIDAD  
DE ANTIOQUIA**

**ANÁLISIS Y GESTIÓN DE CALIDAD APLICADA A  
MÉTODOS ANALÍTICOS E INSTRUMENTALES PARA  
DIAGNÓSTICO AMBIENTAL BASADO EN LA NTC-  
ISO/IEC 17025 VERSIÓN 2017**

**Autor**

**Joan Fernando Figueroa Agudelo**

**Universidad de Antioquia**

**Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería**

**Química**

**Medellín, Colombia**

**2021**



**Análisis y gestión de calidad aplicada a métodos analíticos e instrumentales para diagnóstico ambiental basado en la NTC-ISO/IEC 17025 versión 2017**

Joan Fernando Figueroa Agudelo

Informe de práctica como requisito para optar al título de:  
Ingeniero Químico

Asesores

Jaime Cardona Martínez	Ingeniero Sanitario
Lina María Gonzales Rodríguez	Ingeniera Química
Natalia Andrea Gómez Vanegas	Ingeniera Química

Universidad de Antioquia  
Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Química  
Medellín, Colombia  
2021.

## **Resumen**

En este trabajo se presentan los resultados de las diversas acciones realizadas a lo largo de 6 meses orientadas a lograr la acreditación, por parte del IDEAM, en la implementación de nuevos métodos de diagnóstico ambiental en la empresa Gestión y Servicios Ambientales S.A.S. En primer lugar, se realizó una comparación del contenido de los instructivos internos diseñados para los nuevos métodos a implementar, con respecto a referencias internacionales aceptadas por las autoridades ambientales colombianas. En segundo lugar, se evaluó la forma en que los analistas ejecutan los procedimientos establecidos en el instructivo, y en tercer lugar, se elaboraron archivos de Excel para realizar la confirmación de los métodos y las verificaciones en campo de los analizadores automáticos, tras lo que se procedió a realizar la confirmación de algunos de los métodos que se testificaron en la auditoría realizada por el IDEAM. Adicionalmente, se realizaron balances de masas para diferentes compañías con el fin de estimar las emisiones a la atmosfera generadas. Cabe resaltar, que con el trabajo realizado se contribuyó a la acreditación de tres nuevos métodos para la matriz calidad del aire: toma de muestra y análisis de amoniaco en aire ambiente; medición continua de monóxido de carbono en aire ambiente y medición continua de dióxido de nitrógeno en aire ambiente.

## Introducción

La contaminación atmosférica es un problema que ha tomado cada vez mayor relevancia en la calidad de vida de las personas, debido al continuo incremento que se ha presentado y los efectos adversos para la salud que tiene respirar aire contaminado<sup>1</sup>. Esto es especialmente cierto en el Valle de Aburrá, que por las características geográficas y climatológicas tiende a retener los contaminantes emitidos a la atmósfera por diferentes fuentes<sup>2</sup>.

En este orden de ideas, las leyes colombianas establecen que el estado debe “mantener la atmosfera en condiciones que no causen molestias o daños o interfieran en el desarrollo normal de la vida humana, animal o vegetal y de los recursos renovables”<sup>3</sup>. Por lo que en Colombia se ha regulado, a través del Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, la cantidad máxima permisible de emisiones de contaminantes por fuentes fijas<sup>4</sup> y los niveles máximos permisibles de contaminantes en la atmósfera<sup>5</sup>.

Así pues, para verificar el cumplimiento de éstas normas y tomar las medidas correspondientes en caso de que no se cumplan es necesario realizar mediciones estrictas y confiables; por lo cual se han establecido protocolos tanto para los

---

<sup>1</sup> ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD. [sitio web]. Contaminación atmosférica. [Consulta: 4 de enero 2021]. Disponible en: [https://www.who.int/phe/health\\_topics/outdoorair/es/](https://www.who.int/phe/health_topics/outdoorair/es/)

<sup>2</sup> Área Metropolitana del Valle de Aburrá. [sitio web]. Condiciones especiales del Valle de Aburrá: Factores que incrementan la contaminación en el valle. [Consulta: 4 de enero 2021]. Disponible en: <https://www.metropol.gov.co/ambientales/calidad-del-aire/generalidades/condiciones-especiales>

<sup>3</sup> COLOMBIA. PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA. Decreto 2811 (18, diciembre, 1974). Por el cual se dicta el código nacional de recursos naturales renovables y de protección al medio ambiente. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Decretos; Decretos 1974.

<sup>4</sup> MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Resolución 909 (5, junio, 2008). Por la cual se establecen las normas y estándares de emisión admisibles de contaminantes a la atmósfera por fuentes fijas y se dictan otras disposiciones. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2008.

<sup>5</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Resolución 601 (4, abril, 2006). Por la cual se establece la norma de calidad del aire o nivel de inmisión, para todo el territorio nacional en condiciones de referencia. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2006.

estudios de emisiones atmosféricas de fuentes fijas<sup>6</sup> como para los estudios de calidad del aire<sup>7</sup>, en los cuales se define el procedimiento que se debe aplicar para realizar estas mediciones y los métodos analíticos e instrumentales de referencia que se deben seguir para las mismas.

Consecuentemente, se ha designado al Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales –IDEAM–, como el “establecimiento público encargado del levantamiento y manejo de la información científica y técnica sobre los ecosistemas que forman parte del patrimonio ambiental del país”<sup>8</sup>, que a su vez es el organismo ante el cual deben acreditarse los laboratorios que produzcan información de carácter oficial relacionada con la calidad del medio ambiente y de los recursos naturales renovables o aquellos produzcan información cuantitativa, física, química y biótica para los estudios o análisis ambientales requeridos por las autoridades ambientales competentes, acreditación que está sujeta al cumplimiento de la Norma NTC-ISO/IEC 17025<sup>9</sup>, la cual establece los requisitos que debe cumplir un laboratorio “pueda demostrar que opera de manera competente y puede generar resultados válidos”<sup>10</sup>.

Por lo anterior, es fundamental para la empresa Gestión y Servicios Ambientales S.A.S, invertir recursos y realizar acciones que permitan el cumplimiento de los

---

<sup>6</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 760 (20, abril, 2010). Por la cual se adopta el protocolo para el control y vigilancia de la contaminación atmosférica generada por fuentes fijas. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2010.

<sup>7</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Resolución 650 (29, marzo, 2010): Por la cual se adopta el protocolo para el monitoreo y seguimiento de la calidad del aire. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2010.

<sup>8</sup> CONGRESO DE COLOMBIA. LEY 99 (22, diciembre, 1993): Por la cual se crea el ministerio del medio ambiente, se reordena el sector público encargado de la gestión y conservación del medio ambiente y los recursos naturales renovables, se organiza el sistema nacional ambiental, SINA y se dictan otras disposiciones.; Bogotá, 1993. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: [http://www.secretariassenado.gov.co/senado/basedoc/ley\\_0099\\_1993.html](http://www.secretariassenado.gov.co/senado/basedoc/ley_0099_1993.html)

<sup>9</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. DECRETO 1076 (26, mayo, 2015). Por Medio Del Cual Se Expide El Decreto Único Reglamentario Del Sector Ambiente Y Desarrollo Sostenible. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: [https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/decretos/2015/DECRETO\\_1076\\_DEL\\_26\\_DE\\_MAYO\\_DE\\_2015.pdf](https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/decretos/2015/DECRETO_1076_DEL_26_DE_MAYO_DE_2015.pdf)

<sup>10</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos Generales Para La Competencia De Los Laboratorios De Ensayo Y Calibración. ISO/IEC 17025. Bogotá D.C.: El Instituto, 2017.

requerimientos de la norma técnica colombiana mencionada anteriormente. En este proyecto, las actividades se orientaron en la evaluación de las condiciones que permiten cumplir con el numeral 7.2 de la norma en cuestión, requisitos en cuanto a la selección, verificación y validación de métodos.

## **Objetivos**

### **Objetivo General**

Implementar métodos para diagnóstico ambiental que cumplan con los requisitos de la norma técnica colombiana ISO/IEC 17025 en su versión 2017 para lograr la extensión de la acreditación de la empresa.

### **Objetivos específicos**

- Diseñar una metodología que permita comprobar que los instructivos coincidan con los lineamientos definidos en los métodos de referencia correspondientes.
- Establecer un protocolo de verificación de los procedimientos de análisis se ejecuten de acuerdo a lo establecido en los instructivos correspondientes por parte de los analistas.
- Determinar una estrategia de apoyo para los procesos de confirmación y validación de los métodos que se planean incluir en el alcance de acreditación.

## Marco Teórico

En Colombia, el organismo encargado de manejar los datos sobre los recursos naturales, incluyendo el aire, es el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales –IDEAM–<sup>11</sup>, el cual a su vez se encarga de acreditar de acuerdo a los lineamientos de la Norma Técnica Colombiana (NTC) ISO/IEC 17025 los laboratorios que realicen mediciones y muestreos en matrices ambientales<sup>12</sup>. Por lo tanto, el IDEAM como parte del proceso de acreditación realiza visitas de auditoría al laboratorio u organismo evaluador de la conformidad (OEC) que desee acreditarse ante dicho instituto con el fin de verificar el cumplimiento de la normatividad pertinente, en la cual se deben ejecutar los métodos que el laboratorio busque incluir en el alcance de su acreditación, así como presentar documentos que soporten el cumplimiento de la norma en cuestión<sup>13</sup>.

En este orden de ideas, es fundamental analizar punto por punto cada uno de los requisitos de la NTC ISO/IEC 17025, con el fin de que al momento de recibir la auditoría se tengan los soportes necesarios para demostrar el cumplimiento los mismos. Una de las obligaciones que debe cumplir un laboratorio acreditado bajo esta norma es garantizar que los métodos analíticos proporcionen resultados confiables; estos métodos pueden ser<sup>14</sup>:

---

<sup>11</sup> CONGRESO DE COLOMBIA. LEY 99 (22, diciembre, 1993): Por la cual se crea el ministerio del medio ambiente, se reordena el sector público encargado de la gestión y conservación del medio ambiente y los recursos naturales renovables, se organiza el sistema nacional ambiental, SINA y se dictan otras disposiciones.; Bogotá, 1993. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: [http://www.secretariasenado.gov.co/senado/basedoc/ley\\_0099\\_1993.html](http://www.secretariasenado.gov.co/senado/basedoc/ley_0099_1993.html)

<sup>12</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. DECRETO 1076 (26, mayo, 2015). Por Medio Del Cual Se Expide El Decreto Único Reglamentario Del Sector Ambiente Y Desarrollo Sostenible. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: [https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/decretos/2015/DECRETO\\_1076\\_DEL\\_26\\_DE\\_MAYO\\_DE\\_2015.pdf](https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/decretos/2015/DECRETO_1076_DEL_26_DE_MAYO_DE_2015.pdf)

<sup>13</sup> COLOMBIA. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. Resolución 0268 (6, marzo, 2015). Por La Cual Se Modifica La Resolución 0176 De 2003 Y 1754 De 2008, Y Se Establecen Los Requisitos Y El Procedimiento De Acreditación De Organismos De Evaluación De La Conformidad En Matrices Ambientales, Bajo La Norma NTC-ISO/IEC 17025 En Colombia. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <http://www.ideam.gov.co/documents/51310/56882/Resolución+268+de+2015.pdf/4ec685f0-c683-4d4a-bf11-8b23bb49dda1>

<sup>14</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos Generales Para La Competencia De Los Laboratorios De Ensayo Y Calibración. ISO/IEC 17025. Bogotá D.C.: El Instituto, 2017.



- Normalizados: son emitidos por organismos nacionales o internacionales reconocidos y han sido ampliamente probados e investigados para determinar su validez.
- Modificados: son métodos normalizados a los que se les realiza una modificación puntual.
- Desarrollados por el laboratorio: se desarrollan en el laboratorio siguiendo los principios del método científico y comprobando su validez.

Ahora bien, la norma establece que se debe demostrar que el método seleccionado para ser aplicado en el laboratorio cumple con los requisitos especificados, bien sea por el método de referencia si es uno normalizado, o por algún ente gubernamental o científico, y esta demostración exige un grado de rigurosidad variable dependiente de la clasificación anterior<sup>15</sup>. Así pues, para un método normalizado el laboratorio debe verificar el desempeño del método, lo que normalmente implica realizar un trabajo experimental para demostrar que el método tiene un límite de detección, una precisión y una veracidad aceptables, mientras que los métodos modificados o desarrollados por el laboratorio requieren aportar evidencia de que poseen sensibilidad, robustez y selectividad adecuadas para el uso previsto, es decir, una validación<sup>16</sup>.

Como consecuencia de lo anterior, la práctica más común y aceptada es aplicar métodos normalizados, puesto que estos métodos cuentan con una gran base bibliográfica y se ha comprobado su robustez e idoneidad, teniendo como referentes más importantes en Colombia para el control de la contaminación atmosférica son las publicaciones de Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (Del Inglés: U.S. EPA) y el libro “Methods of Air Sampling and Analysis”, puesto que la mayor cantidad métodos para las matrices de calidad del aire y emisiones por

---

<sup>15</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos Generales Para La Competencia De Los Laboratorios De Ensayo Y Calibración. ISO/IEC 17025. Bogotá D.C.: El Instituto, 2017.

<sup>16</sup> BARWICK, Vicki and PRICHARD, Elizabeth. (eds.), Eurachem Guide: Terminology in analytical measurement - Introduction to VIM 3, Eurachem, 2011, ISBN 978-0-948926-29-7.

fuentes fijas están basados en estas referencias<sup>17</sup>. De igual manera sucede con la empresa Gestión y Servicios Ambientales S.A.S, la cual dentro del alcance de su acreditación cuenta con 30 métodos acreditados para la matriz emisiones por fuentes fijas, de los cuales 28 tienen como referencia métodos de la U.S. EPA y en la matriz calidad del aire cuenta con 3 métodos acreditados con referencia al libro “Methods of Air Sampling And Analysis”<sup>18</sup>.

## **Métodos Elegidos**

Teniendo en cuenta la creciente demanda de servicios de diagnóstico ambiental por parte de la industria local la empresa Gestión y Servicios Ambientales S.A.S las directivas de la empresa toman la decisión de incorporar nuevos métodos en el alcance de su acreditación con el fin de satisfacer las necesidades de sus clientes de una manera óptima. De esta manera, teniendo en cuenta que las principales fortalezas y la mayor experticia de la empresa se encuentra en las matrices de calidad del aire y emisiones por fuentes fijas, pero en la matriz de calidad del aire tiene una menor cantidad de métodos acreditados, se opta por incorporar al alcance de acreditación de la empresa los siguientes métodos:

- **Método 401 de Methods of Air Sampling And Analysis: Determinación de amoníaco la atmósfera (método de indofenol)**

La incorporación de este método en el portafolio de la empresa busca satisfacer la necesidad establecida por la normatividad colombiana para el monitoreo de sustancias de olores ofensivos, tales como el sulfuro de hidrógeno (H<sub>2</sub>S) y el

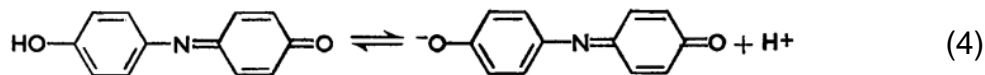
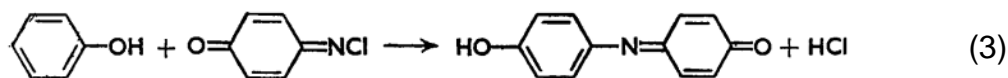
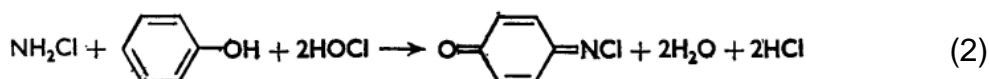
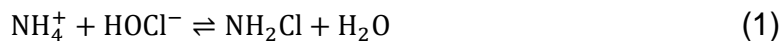
---

<sup>17</sup> Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales [sitio web]. Acreditación. [Consulta: 4 Enero 2021]. Disponible en: <http://www.ideam.gov.co/web/contaminacion-y-calidad-ambiental/acreditacion>

<sup>18</sup> COLOMBIA. INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES. Resolución 0266 (13, MARZO, 2019). Por La Cual Se Renueva Y Extiende La Acreditación A La Sociedad Gestión Y Servicios Ambientales SAS Para Producir Información Cuantitativa, Física, Química Y Biótica Para Los Estudios Y Análisis Ambientales Requerido Por Las Autoridades Ambientales Competentes Y De Carácter Oficial, Relacionada Con La Calidad Del Medio Ambiente Y De Los Recursos Naturales Renovables. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://gsasas.com/nuestra-empresa/resolucion-acreditacion-ideam/>

amoniaco ( $\text{NH}_3$ )<sup>19</sup>. Este método es uno de los aceptados por el Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible para la determinación de amoniaco en aire ambiente<sup>20</sup>.

El principio de operación de este método analítico es la captura del amoniaco en la atmósfera haciendo pasar un volumen conocido de aire a través de una solución de ácido sulfúrico para formar así sulfato de amonio; posteriormente la solución absorbente es llevada al laboratorio en donde se mezcla con fenol, hipoclorito de sodio y nitroprusiato de sodio para dar lugar a la formación de indofenol (un compuesto de color azul) de acuerdo al siguiente conjunto de reacciones<sup>21</sup>.



Luego, se realiza determina la concentración de indofenol en la solución a través de un análisis espectrofotométrico, un procedimiento basado en la aplicación de la ley de Beer-Lambert, la cual establece que si un haz de luz atraviesa una solución, este se atenuará de manera proporcional a la concentración de moléculas que absorben

<sup>19</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. RESOLUCIÓN 1541 (12, noviembre, 2013). Por La Cual Se Establecen Los Niveles Permisibles De Calidad Del Aire O De Inmisión, El Procedimiento Para La Evaluación De Actividades Que Generan Olores Ofensivos Y Se Dictan Otras Disposiciones. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2013.

<sup>20</sup> Ministerio De Ambiente Y Desarrollo Sostenible. Resolución 2087(14, diciembre, 2014). Por La Cual Se Adopta El Protocolo Para El Monitoreo, Control Y Vigilancia De Olores Ofensivos. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: : <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2014.

<sup>21</sup> ROMMERS, P., and VISSER, J. Spectrophotometric determination of micro amounts of nitrogen as indophenol. The Analyst. 1969, Vol. 94, pp. 653-658. DOI: 10.1039/an9699400653.

radiación electromagnética correspondiente a la longitud de onda del haz, por lo que mediante una comparación entre la cantidad de radiación absorbida por la muestra y la que absorben un conjunto de patrones de concentraciones diferentes y conocidas es posible determinar mediante una regresión la concentración del analito en la muestra<sup>22</sup>.

Así, aplicando correctamente este método se pueden medir concentraciones entre 0.025 y 1 ppm de amoníaco en aire, con una precisión variable en función de la concentración entre 5 y 30% (coeficiente de variación relativo)<sup>23</sup>.

- **Apéndice C de la parte 50 del título 40 del CFR de la U.S. EPA: Principio de medición y procedimiento de calibración para la medición de Monóxido de carbono en la atmósfera (Fotometría infrarroja no dispersiva).**

La empresa busca la acreditación en este método para suministrar el servicio de medición de la concentración de monóxido de carbono en la atmósfera, ya que es uno de los contaminantes que debe ser monitoreado de acuerdo con la normatividad ambiental colombiana, tanto por las autoridades ambientales como por compañías y empresas que requieran de una licencia ambiental para operar<sup>24</sup>.

El este método aplica un principio similar al descrito para el método anterior, con la diferencia de que la longitud de onda de la radiación utilizada para la medición se encuentra en el espectro infrarrojo, y no utilizan un medio dispersivo para filtrar las longitudes de onda<sup>25</sup>. Otra diferencia fundamental es que este método no requiere

---

<sup>22</sup> SKOOG et al. Fundamentos de Química Analítica. 8ª ed. Madrid. Madrid: Ediciones Paraninfo, 2005. ISBN 8497323335

<sup>23</sup> LODGE junior, James. *Methods of Air Sampling and Analysis*. 3ª ed. Boca Raton: Routledge, 1988. ISBN 9780367580230

<sup>24</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. DECRETO 1076 (26, mayo, 2015). Por Medio Del Cual Se Expide El Decreto Único Reglamentario Del Sector Ambiente Y Desarrollo Sostenible. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: [https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/decretos/2015/DECRETO\\_1076\\_DEL\\_26\\_DE\\_MAYO\\_DE\\_2015.pdf](https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/decretos/2015/DECRETO_1076_DEL_26_DE_MAYO_DE_2015.pdf)

<sup>25</sup> RUBIO, Rafael, et al. Non-selective NDIR array for gas detection. *Sensors and Actuators B: Chemical*. 2007, Vol 127, nro. 1, pp. 69-73. DOI: 10.1016/j.snb.2007.07.003.

concentrar el contaminante en una solución absorbente, si no que se puede medir directamente en el aire debido a la alta sensibilidad de los sensores utilizados.

Ahora bien, debido a la complejidad del sistema es necesario realizar calibraciones y verificaciones periódicas a los analizadores automáticos, especialmente cuando son usados para determinar concentraciones tan pequeñas como las que hay usualmente de contaminantes criterio en el aire<sup>26</sup>. En este caso la calibración consiste en comparar la respuesta del analizador ante diferentes concentraciones conocidas de un gas patrón, cuya concentración debe ser trazable al Instituto Nacional de Estándares y Tecnología de Estados Unidos (NIST por sus siglas en inglés) y una fuente de aire compuesto únicamente de nitrógeno, oxígeno y trazas de gases nobles, conocido como “aire cero”, para proporcionar la lectura base y realizar diluciones del gas para obtener varias concentraciones, con las cuales se puede determinar la desviación de las lecturas del instrumento respecto a las teóricas y de esta forma comprobar si está operando correctamente<sup>27</sup>.

En el caso de la empresa Gestión y Servicios Ambientales S.A.S, se adquirieron dos tipos de analizadores diferentes, ambos cuentan con el reconocimiento como métodos equivalentes por la U.S. EPA<sup>28</sup>. Uno de estos es el modelo CO12M de la firma ENVEA (antes llamada Environnement S.A.), que se puede observar en la Ilustración 1.

---

<sup>26</sup>UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurement Systems. Volume II Ambient Air Quality Monitoring Program.. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2017.

<sup>27</sup>UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 50, Appendix C: Measurement Principle and Calibration Procedure for the Measurement of Carbon Monoxide in the Atmosphere (Non-Dispersive Infrared Photometry). Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2020.

<sup>28</sup>UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. List of Designated Reference and Equivalent Methods. Washington: AIR METHODS & CHARACTERIZATION DIVISION, 2020.



**Ilustración 1.** Analizador de Monóxido de Carbono CO12M de Environnement S.A.  
Tomada del catálogo digital del proveedor<sup>29</sup>.

El otro modelo adquirido por la empresa es el 48C de la compañía Thermo Fisher Scientific Inc (antes llamada Thermo Environmental Instruments Inc.), que se puede apreciar en la **Ilustración 2**.



**Ilustración 2.** Analizador de Monóxido de Carbono 48C de Thermo Fisher Scientific Inc.  
Tomada del catálogo digital del proveedor<sup>30</sup>.

<sup>29</sup>FranceEnvironnement [sitio web]. CO12M. Analyseur de monoxyde carbone. [consulta: 4 de enero de 2021] Disponible en: <https://www.franceenvironnement.com/produit/co12m.%20analyseur%20de%20monoxyde%20carb%20one> (Consultado en Enero 7, 2021)..

<sup>30</sup> CleanAir Europe,[sitio web]. Thermo 48C CO Analyzer. [consulta: 4 de enero de 2021]. Disponible en: <https://cleanaireurope.com/en/produit/thermo-48c/>

Ambos equipos funcionan de manera similar, tomando una muestra de aire que luego se lleva a una celda donde un haz de radiación infrarroja incide alternativamente a través de un filtro de monóxido de carbono que produce un haz de referencia que no se puede atenuar más por el CO en la muestra de aire y un haz de medición que si es absorbido por el monóxido en la celda; de esta manera se puede medir de manera selectiva este compuesto, ya que los demás gases absorben en igual medida la radiación proveniente del haz de referencia y el haz de medición<sup>31</sup>.

- **Apéndice F de la parte 50 del título 40 del CFR de la U.S. EPA: Principio de medición y procedimiento de calibración para la medición de dióxido de nitrógeno en la atmósfera (Quimioluminiscencia en fase gaseosa).**

La implementación de este método busca dar respuesta a la demanda de análisis de concentración de dióxido de nitrógeno en la atmósfera, uno de los contaminantes criterio de la normativa nacional de calidad del aire<sup>32</sup>, al ser uno de los métodos aceptados por las autoridades ambientales del país de acuerdo a la legislación vigente<sup>33</sup>.

Este método se basa en el fenómeno de la quimioluminiscencia, en el que los electrones de un átomo pasan de un estado excitado a uno de menor energía, liberando parte del exceso como radiación electromagnética visible<sup>34</sup>. Este es el caso de la reacción de óxido nítrico con ozono descrita por la (5).

---

<sup>31</sup> UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Standard Operating Procedure: Thermo Environmental Instruments Model 48C Trace Level Gas Filter Correlation Carbon Monoxide Analyzer .. North Carolina: Office of Air Quality Planning and Standards, 2009.

<sup>32</sup> MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Resolución 601 (4, abril, 2006). Por la cual se establece la norma de calidad del aire o nivel de inmisión, para todo el territorio nacional en condiciones de referencia. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2006.

<sup>33</sup> MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Resolución 650 (29, marzo, 2010): Por la cual se adopta el protocolo para el monitoreo y seguimiento de la calidad del aire. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2010.

<sup>34</sup> SKOOG et al. Fundamentos de Química Analítica. 8ª ed. Madrid: Ediciones Paraninfo, 2005. ISBN 8497323335.



A partir de ésta es posible determinar la concentración de óxido nitroso al comparar la concentración total de óxidos de nitrógeno (NO+NO<sub>2</sub>) con la concentración de óxido nítrico. La primera se determina haciendo pasar aire por un convertidor catalítico que transforma el dióxido de nitrógeno en óxido nítrico (sin afectar el óxido nítrico preexistente) para luego mezclarlo con ozono; la segunda se obtiene al hacer reaccionar la muestra de aire directamente<sup>35</sup>. Esto se realiza por medio de analizadores automáticos, que si cumplen con los requisitos de desempeño definidos por la U.S. EPA son designados como métodos equivalentes o de referencia<sup>36</sup>, entre los cuales se encuentra el analizador de NO-NO<sub>2</sub>-NO<sub>x</sub> Modelo 42i fabricado por Thermo Scientific™<sup>37</sup>, que fue adquirido por la empresa Gestión y Servicios Ambientales S.A.S para realizar este método.

El analizador Thermo Scientific Modelo 42i (**Ilustración 3**) funciona realizando mediciones cíclicas alternantes de la concentración de NO+NO<sub>2</sub> y la concentración de NO, para lo cual cuenta con una cámara de reacción en la que se mezcla la muestra con ozono y que está equipada con un fotomultiplicador que emite una señal eléctrica en función de la cantidad de radiación detectada en un rango específico de longitudes de onda correspondientes a la emitida por la reacción de quimioluminiscencia antes mencionada<sup>38</sup>.

---

<sup>35</sup> UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 50, Appendix F: Measurement Principle and Calibration Procedure for the Measurement of Nitrogen Dioxide in the Atmosphere (Gas Phase Chemiluminescence). Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2019.

<sup>36</sup> UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 53: Ambient Air Monitoring Reference And Equivalent Methods. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2019.

<sup>37</sup> UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. List of Designated Reference and Equivalent Methods. Washington: AIR METHODS & CHARACTERIZATION DIVISION, 2020..

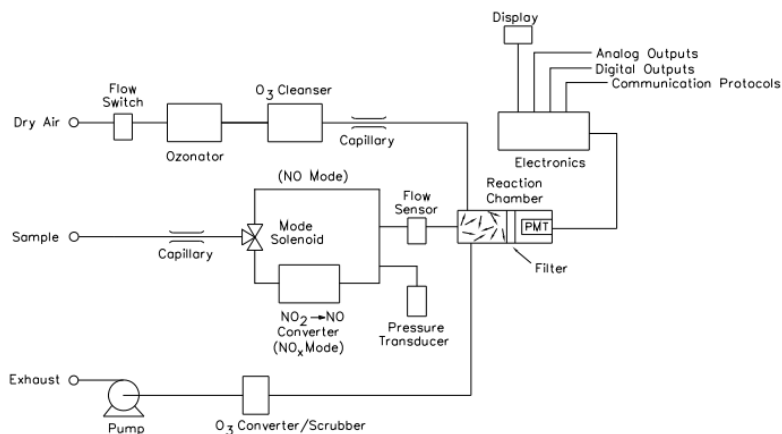
<sup>38</sup> THERMO FISHER SCIENTIFIC INC. Model 42I Instruction Manual. Franklin, MA.: Air Quality Instruments, 2015.





**Ilustración 3.** Analizador de óxidos de nitrógeno Thermo Scientific™ modelo 42i. Tomada del catálogo digital de Thermo Scientific™<sup>39</sup>.

Para realizar las mediciones individuales el equipo posee un sistema de flujo y electroválvulas que envía a la cámara de reacción de manera alternante aire que pasa por el convertidor catalítico y aire que no ha pasado por el mismo, además cuenta con una lámpara de mercurio y un sistema de desecadores y filtros que toman una porción de aire ambiente para convertirlo en ozono; luego las señales generadas por el detector son interpretadas por el software incorporado en el equipo y mostradas directamente en su pantalla, y puede almacenar o transmitir los datos de acuerdo a las preferencias del usuario. Un esquema del funcionamiento interno del equipo se presenta en la **Ilustración 4**.



**Ilustración 4.** Esquema funcionamiento del analizador de óxidos de nitrógeno Thermo Scientific™ modelo 42i. Tomada del manual de usuario del equipo<sup>40</sup>.

<sup>39</sup> THERMO SCIENTIFIC™ [sitio web]. Model 42i (NO-NO<sub>2</sub>-NO<sub>x</sub>) Analyzer. 2015. [consulta; 4 de enero de 2021] Disponible en: <https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/42i#/42i>

<sup>40</sup> THERMO FISHER SCIENTIFIC INC. Model 42I Instruction Manual. Franklin, MA.: Air Quality Instruments, 2015.

Para calibrar y verificar este equipo se requiere de un cilindro con óxido nítrico trazable al NIST, además de una fuente de “aire cero”, un aire libre de compuestos ajenos a nitrógeno y oxígeno y especialmente que no tenga trazas de compuestos nitrogenados; con estos dos gases y un sistema de dilución se pueden generar muestras de aire de concentración conocida, que se pueden medir con el analizador para comparar el valor arrojado por este contra el valor teórico y así determinar si el equipo está funcionando de manera correcta y proporcionando resultados confiables.

Sin embargo, puesto que una de las variables que mide este instrumento es resultado de la medición de otras dos, y una de ellas requiere la conversión de un compuesto a otro, el procedimiento de calibración para este equipo adicionalmente a lo descrito anteriormente requiere realizar una titulación en fase gaseosa, la cual consiste en determinar la cantidad de NO<sub>2</sub> presente en el gas patrón y posteriormente realizar adiciones de ozono en diferentes cantidades al gas patrón antes de enviarlo al analizador, esto hará que una parte del NO presente en el gas patrón reaccione y forme NO<sub>2</sub>, el cual será medido en el analizador y se compara la concentración medida por el analizador con la concentración calculada a partir de la diferencia entre concentración de NO antes y después de la adición del ozono y la cantidad de impurezas en el patrón<sup>41</sup>.

### **Verificación de los métodos.**

Como se mencionó anteriormente, los métodos normalizados no requieren de un proceso de validación, en lugar de esto se realiza una verificación. Existen algunos métodos normalizados para los cuales el procedimiento de verificación ha sido definido por la organización que publica el método analítico<sup>42</sup>, pero cuando no es

---

<sup>41</sup> UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 50, Appendix F: Measurement Principle and Calibration Procedure for the Measurement of Nitrogen Dioxide in the Atmosphere (Gas Phase Chemiluminescence). Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2019.

<sup>42</sup> UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurement Systems. Volume II Ambient Air Quality Monitoring Program. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2017.

así el laboratorio debe definir una metodología adecuada para confirmar que se está realizando el método de manera que los resultados cumplan los requisitos de calidad establecidos<sup>43</sup>. Por lo que a continuación se describen las principales características evaluadas teniendo en cuenta que se trata de una confirmación, no de una validación.

- **Exactitud (Veracidad).**

Proximidad entre el valor medio obtenido de un conjunto de resultados y el valor de referencia aceptado; normalmente se expresa en términos de error. Se calcula mediante la Ecuación (6)<sup>44</sup>.

$$\% \text{ Error} = \frac{X_{Esp} - X_{Real}}{X_{Real}} * 100 \quad (6)$$

Dónde:

X<sub>Esp</sub>: Concentración medida.

X<sub>Real</sub>: Concentración conocida (patrón).

- **Precisión**

Indica el grado de concordancia entre los resultados obtenidos para réplicas de una misma muestra, aplicando el mismo procedimiento experimental bajo condiciones prefijadas. Usualmente se expresa en términos de desviación estándar (s). Para los métodos de la U.S. EPA la precisión se calcula a partir del porcentaje de error de los puntos de control de calidad (puntos QC), usando la ecuación (7)<sup>45</sup>.

---

<sup>43</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos Generales Para La Competencia De Los Laboratorios De Ensayo Y Calibración. ISO/IEC 17025. Bogotá D.C.: El Instituto, 2017.

<sup>44</sup> MAGNUSSON, Bertil y ÖRNEMARK, Ulf (eds.). The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, (2a ed.). Eurachem, 2014. ISBN 978-91-87461-59-0.6.

<sup>45</sup> U.S. Environmental Protection Agency. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 58, Appendix A: Quality Assurance Requirements for Monitors used in Evaluations of National Ambient Air Quality Standards. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2006.

$$\%CV = \sqrt{n * \frac{\sum_{i=1}^n (d_i^2) - (\sum_{i=1}^n d_i)^2}{n(n-1)}} * \sqrt{\frac{n-1}{(\chi_{0.1, n-1}^2)}} \quad (7)$$

Dónde:

n: Número de datos tomados para el punto QC.

d: % de error de cada dato

$\chi_{0.1, n-1}^2$ : Décimo percentil de una distribución Chi Cuadrado con n-1 grados de libertad.

Por otra parte, para los métodos a los que no es aplicable esta ecuación, se estima la precisión mediante la ecuación (8)<sup>46</sup>

$$\% CV = \frac{S}{\bar{x}} * 100 \quad (8)$$

Dónde:

$\bar{x}$ : Promedio de una población específica.

S: Desviación estándar de una población específica.

- **Intervalo De Confianza**

Es el intervalo en el que la probabilidad de que el valor registrado por el instrumento coincida con el valor real de la muestra analizada es de un (1- $\alpha$ ) %, este valor se conoce como el nivel de confianza. Los límites de este intervalo se calculan usando las ecuaciones (9) y (10)<sup>47</sup>.

$$R_{b95\%} = \bar{x} - (t_{0.025, m} * S) \quad (9)$$

$$R_{a95\%} = \bar{x} + (t_{0.025, m} * S) \quad (10)$$

Dónde:

$\bar{x}$ : Promedio de una población específica.

---

<sup>46</sup> EATON, Andrew, BAIRD, Roger, and RICE, Eugene (eds.). Standard methods for the examination of water & wastewater. 23a ed. Washington, DC: American Public Health Association, 2017.

<sup>47</sup> *Ibid.*

S: Desviación estándar de una población específica.

$t_{0.025,m}$ : Valor de t para m grados de libertad y un nivel de confianza del 95%.

n: Número de datos.

m: Grados de libertad,  $m=(n-1)$ .

- **Sesgo**

Es la desviación persistente o sistemática en un proceso de medición, que causa errores en una dirección (por encima o por debajo del valor de referencia). Para los métodos de la U.S. EPA se calcula a partir del porcentaje de error de los datos del punto QC aplicando las siguientes ecuaciones:

$$|\text{sesgo}| = AB + \frac{AS}{\sqrt{n}} * t_{0.95,n-1} \quad (11)$$

Donde:

$t_{0.95,n-1}$ : Cuantil 95 de una distribución t-student con n-1 grados de libertad.

n: Número de puntos QC utilizados para estimar el sesgo.

AB y AS se calculan mediante las ecuaciones (12) y (13), respectivamente.

$$AB = \frac{1}{n} * \sum_{i=1}^n |d_i| \quad (12)$$

$$AS = \sqrt{\frac{(n * \sum_{i=1}^n |d_i|^2 - (\sum_{i=1}^n |d_i|)^2)}{n(n-1)}} \quad (13)$$

Donde:

$d_i$ : Porcentaje de error para el punto  $i$ .

Para asignar un signo al valor del sesgo, se calcula el percentil 25 y el percentil 75, y si ambos tienen el mismo signo, este será el signo del sesgo, en caso contrario el sesgo no tiene signo<sup>48</sup>.

---

<sup>48</sup> UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 58, Appendix A: Quality Assurance Requirements for Monitors used in Evaluations of National Ambient Air Quality Standards. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2006.

- **Rechazo De Datos**

Es posible que uno o más resultados difieran en gran medida de lo demás, por esto se debe definir qué tan grande debe ser la diferencia para que se considere la posibilidad de rechazar un valor atípico; para esto se emplea una prueba conocida como prueba de discordancia la cual consiste en calcular el estadístico  $T_{Bajo}$  usando la ecuación (14) y  $T_{Alto}$  usando la ecuación (15), para luego comparar el resultado de cada una con el valor crítico de acuerdo a la cantidad de mediciones realizadas como se muestra en la Tabla 1, y si alguno de los dos valores es más alto que el valor crítico correspondiente se debe evaluar si ocurrió algún suceso que pueda generar la desviación de ese dato (máximo o mínimo) para determinar si se descarta ese dato o todo el conjunto de mediciones<sup>49</sup>.

$$T_{Bajo} = (x_H - \bar{x})/s \quad (14)$$

$$T_{Alto} = (\bar{x} - x_L)/s \quad (15)$$

Donde:

$\bar{x}$ : Promedio de una población específica.

$x_H$ : Máximo valor en el conjunto de resultados.

$x_L$ : Mínimo valor en el conjunto de resultados.

**Tabla 1.** Valores críticos para el test de discordancia con un nivel de confianza del 95% para un valor atípico en una distribución normal.

Número de mediciones	Valor crítico
3	1,15
5	1,67
10	2,18
12	2,29
14	2,37
18	2,5

*Adaptado de Eaton, Franson & Rice, 2017.*

<sup>49</sup> EATON, Andrew, BAIRD, Roger, and RICE, Eugene (eds.). Standard methods for the examination of water & wastewater. 23a ed. Washington, DC: American Public Health Association, 2017.

- **Ruido**

Son desviaciones espontáneas de corta duración en la medición alrededor de la medición promedio que no son causadas por cambios en la concentración que entra al analizador. El ruido se calcula como la desviación estándar de una serie de mediciones de una concentración constante. Los datos se obtienen de registrar durante una hora la lectura del analizador al suministrar aire cero, se deben tomar 25 datos (a intervalos de 2 minutos). El promedio de estos valores se registra como  $B_z$  y su desviación estándar se registra como  $S_0$ ; estos parámetros se calculan con las ecuaciones (16) y (17) respectivamente<sup>50</sup>.

$$B_z = \frac{(\sum_{i=1}^{25} Z_i)}{25} \quad (16)$$

$$S_0 = \sqrt{\frac{1}{24} \left[ \sum_{i=1}^{25} Z_i^2 - \frac{1}{25} \left( \sum_{i=1}^{25} Z_i \right)^2 \right]} \quad (17)$$

Donde:

$Z_i$ : Lectura de concentración  $i$ .

- **Límite de detección instrumental (LDI)**

La U.S. EPA define el límite de detección instrumental como la concentración mínima del analito que produce una respuesta de al menos 2 veces el nivel de ruido. Este valor se determina muestreando una concentración igual al valor especificado para el límite de detección del método y registrando este valor como  $B_{LDI}$ ; luego, el límite de detección se calcula usando la ecuación (18) y el resultado debe ser mayor o igual que dos veces el resultado obtenido para el ruido mediante la ecuación (17)<sup>51</sup>.

---

<sup>50</sup> UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 53, Subpart B Procedures for Testing Performance Characteristics of Automated Methods for SO<sub>2</sub>, CO, O<sub>3</sub>, and NO<sub>2</sub>. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2011.

<sup>51</sup> *Ibid.*

$$LDI = B_{LDI} - B_Z \quad (18)$$

## **Balances de Masa**

La legislación vigente permite estimar la cantidad de contaminantes emitidos a la atmósfera mediante balances de materia y energía, siempre que sea para fuentes difusas, es decir, que no poseen un ducto o punto de descarga de emisiones y que por consideraciones técnicas no es posible adecuarles este tipo de sistemas. El concepto de balances de masa consiste en aplicar la ley de conservación de la masa y la ley de conservación de la energía a un sistema, para estimar a partir de un conjunto de datos conocidos un conjunto de incógnitas, para lo cual es necesario contar con un mínimo de información sobre el sistema objeto de estudio, entre los posibles datos conocidos se encuentran las condiciones de operación, el ingreso de insumos o reactivos, el consumo de energía o combustible, las cantidades que salen por los diferentes puntos de descarga, entre otras<sup>52</sup>.

Para realizar un balance de materia y energía es necesario contar con un mínimo de datos o correlaciones, este valor mínimo se determina mediante un análisis de grados de libertad, en el que se comparan la cantidad de variables conocidas, con la cantidad de variables desconocidas y la cantidad de ecuaciones independientes que se pueden plantear para el sistema en cuestión, así como las correlaciones independientes que existan entre dos o más variables. En caso de no tener información suficiente (grados de libertad mayores que cero) se debe recolectar más información, hasta tener la suficiente para resolver el sistema de ecuaciones resultante, que puede ser resultado de un planteamiento por componente, es decir, aplicando el principio de conservación de la masa a cada compuesto que entra y

---

<sup>52</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 760 (20, abril, 2010). Por la cual se adopta el protocolo para el control y vigilancia de la contaminación atmosférica generada por fuentes fijas. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2010.



sale del sistema; o de un planteamiento por especies elementales, que consiste en aplicar el principio de conservación a cada tipo de átomo<sup>53</sup>.

## **Metodología**

En primer lugar se elaboraron listas de chequeo con cada uno de los requisitos de los métodos de referencia, con el fin de facilitar la comparación y el registro de las diferencias encontradas entre el método de referencia, los manuales de uso de los equipos y los instructivos internos de la empresa, tras lo cual se procedió a realizar la comparación, registrar e informar al responsable de la implementación de cada método los ajustes que debían hacerse a los instructivos. Tras lo anterior se realizaron evaluaciones periódicas a los analistas encargados de ejecutar cada método, incluyendo en el caso de los procedimientos con analizadores automáticos el proceso de verificación o calibración, verificando que se siguieran correctamente los procedimientos descritos en el instructivo correspondiente.

En segundo lugar, e inicialmente de manera simultánea con lo anterior se realizaron verificaciones periódicas de los analizadores automáticos en cooperación con el coordinador del laboratorio de instrumentación, con el fin de tenerlos a punto para recibir la auditoría del IDEAM y evitar inconvenientes al momento de testificar la ejecución de los métodos.

En tercer lugar, se prestó apoyo al área de instrumentación en la testificación de los métodos que utilizan analizadores automáticos (medición de NO<sub>2</sub> y medición de CO) lo que requirió responder algunas de las preguntas e inquietudes planteadas por los auditores, participar en la ejecución del procedimiento de verificación (como se indicó en la descripción de cada método) y en general buscar que se cumplan los requisitos necesarios para garantizar la calidad de los resultados obtenidos por medio del analizador.

---

<sup>53</sup> FELDER, Richard and ROUSSEAU, Ronald. *Elementary principles of chemical processes*. 3ª ed. Danvers, MA: John Wiley & Sons, 2005.

En cuarto lugar, se participó en la realización del análisis de causa raíz para las no conformidades encontradas durante la auditoría, para lo cual se aplicó la metodología de “los 5 ¿por qué?”, que consiste en preguntarse la causa del problema en cuestión, en este caso la no conformidad encontrada, y al determinar cuál fue la causa inmediata de este problema que llamaremos causa 1, de debe determinar la causa 2, tomando la causa 1 como problema, hasta determinar la causa 5 o la causa raíz del problema original<sup>54</sup>. Habiendo definido la causa raíz, se procedió a implementar correcciones y acciones correctivas. Para el presente texto se presentan únicamente las acciones correctivas para dos de los hallazgos de la auditoría, en los cuales el autor tuvo la mayor participación:

- El primero de los hallazgos a tratar en este informe es el incumplimiento del requisito 5.4.1 de la NTC ISO/IEC 17025, el cual establece que el laboratorio debe aplicar los métodos y procedimientos apropiados dentro de su alcance. La evidencia para esta afirmación es que al momento de testificar el método del Apéndice F de la parte 50 del título 40 del CFR de la U.S. EPA para determinación directa de la concentración de dióxido de nitrógeno en la atmósfera se obtuvo una eficiencia del 94% del convertidor catalítico que transforma el NO<sub>2</sub> a NO para obtener la medida de NO<sub>x</sub> (NO+NO<sub>2</sub>), cuando el método establece que ésta no debe ser inferior al 96%. Al realizar el análisis de causa raíz se determinó que se había omitido un paso en el procedimiento de calibración, por lo que una de las acciones correctivas fue implementar un sistema de chequeo que impidiera introducir datos en la hoja de cálculo donde se realiza el análisis de la calibración si no se seguía el orden apropiado, y puesto que esta era una potencial causa de errores para los otros métodos que emplean analizadores automáticos, se decidió implementar esta acción para todas las hojas de cálculo y aprovechando la oportunidad se decidió unificar las existentes para los diferentes métodos e incorporar en esta métodos potenciales para incluir en una futura auditoría. Ahora bien, la forma en que se decidió unificar las hojas de cálculo fue

---

<sup>54</sup> SERRAT, Oliver. *Knowledge Solutions*. New York: Springer, 2017.

mediante la implementación de macros en el software Excel de la suite Office de Microsoft™, adecuados para las funciones requeridas mediante programación en el entorno VBA, que viene incluido en el software; mientras que para evitar el registro de datos si no se sigue el orden adecuado en la ejecución de la calibración se aprovechó la herramienta de validación de datos del mismo software. Habiendo finalizado lo anterior, como corrección se realizó una nueva calibración del equipo, realizando correctamente cada paso para determinar realmente la eficiencia del convertidor catalítico.

- La segunda no conformidad a tratar en este trabajo se relaciona con el numeral 5.4.2 de la norma auditada, el cual establece que el laboratorio debe confirmar que puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos. La evidencia correspondiente es que los informes de confirmación de los 3 métodos presentaban valores muy elevados para el porcentaje de error, lo que indica una pobre veracidad de los resultados que se obtengan aplicando el método y adicionalmente presentaban porcentajes del coeficiente de variación altos indicando poca precisión. Al realizar el análisis de causa raíz se determinó que las fórmulas usadas para calcular estas variables estaban referidas a un patrón diferente al utilizado, aparentemente debido a que la hoja de cálculo había sido usada para otra confirmación y no se habían revisado las fórmulas, comparando lecturas correspondientes a patrones de concentración diferente a los valores empleados en los cálculos. Nuevamente, este problema puede afectar cualquier procedimiento de verificación, por lo que se decidió tomar acciones en las hojas de cálculo existentes para prevenir esto; así pues, se unificaron las hojas de cálculo para el procedimiento de confirmación al igual que se hizo en el caso anterior y se implementaron referencias relativas en Excel para que los valores medidos se compararan correctamente con el patrón correspondiente. Finalizando lo anterior, se realizaron nuevamente las confirmaciones correspondientes, realizando mediciones de patrones trazables al NIST de diferentes concentraciones a lo largo de 14 días en los que cada día se realizó una verificación por parte del autor de este trabajo y

otra por parte de un analista del laboratorio de instrumentación, aplicando lo descrito en el marco teórico referente a la verificación de los métodos.

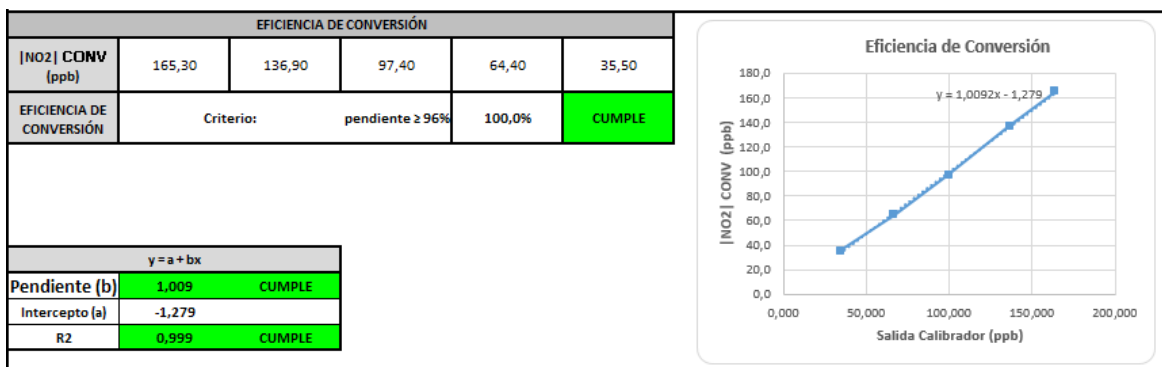
Finalmente, de manera paralela a todo lo anterior se realizaron dos balances de masas para estimar las emisiones de contaminantes a la atmósfera por parte de dos compañías:

- Primero, se realizó el balance de materia para una compañía que se dedica al cromado industrial, para lo cual se aplicó el método de balance por componentes, como se describe en el marco teórico.
- Luego, se realizó el balance de materia para una compañía que manufactura alambres de acero para uso estructural, específicamente al proceso de recocido de los mismos, para lo cual se implementó el método de balance por especies elementales.

## Resultados y análisis

El primer resultado obtenido fue unas ligeras modificaciones a los instructivos de la empresa, aplicando más rigurosamente las indicaciones establecidas en los métodos de referencia, logrando así una mejora en la calidad de los datos obtenidos tanto para los métodos que utilizan analizadores automáticos como para el método para determinación de amoníaco en la atmósfera, evitando potenciales no conformidades con la norma auditada y optimizando el proceso de auditoría.

Se generaron hojas de cálculo con un sistema de macros que permiten realizar la calibración o confirmación de los métodos de manera más ágil y eficiente, al tener en un único archivo toda la información necesaria para realizar los procedimientos mencionados, además de contar con un sistema de validación de datos que evita errores de omisión de pasos; que adicionalmente permite incorporar los datos de otros métodos fácilmente para utilizar la misma hoja de cálculo para virtualmente cualquier método que emplee analizadores instrumentales. Con la hoja de cálculo para calibración se logró probar que la eficiencia del convertidor catalítico cumplía los requisitos establecidos por el método de referencia (**Ilustración 5**), con lo que se logró incluir en el alcance de acreditación de la empresa.



**Ilustración 5.** Resultado de la evaluación de la eficiencia de conversión para el analizador de NO<sub>2</sub>.

Por otra parte, con la hoja de cálculo realizada para el procedimiento de confirmación y la nueva confirmación realizada a los métodos de analizadores automáticos, se logró demostrar el cumplimiento de los requisitos de cada uno,

como se muestra en el ANEXO A para el método de dióxido de nitrógeno y en el ANEXO B.

ANEXO B para el método de monóxido de carbono. Con lo que se consiguió incorporar estos dos métodos en el alcance de acreditación de la empresa.

Estas hojas de cálculo son herramientas que tienen un uso permanente para la empresa, puesto que se deben realizar calibraciones de los analizadores automáticos cada vez que son trasladados a un nuevo punto para realizar mediciones, y las confirmaciones de los métodos se deben realizar cada año, además de que se pueden utilizar para los métodos que se incorporen posteriormente a la acreditación de la empresa.

Finalmente, se tuvo como resultado de este proyecto dos informes de estimación de emisiones por medio de balances de masas, que buscan dar cumplimiento a los requerimientos hechos por las autoridades ambientales competentes y que fueron radicados ante éstas por cada una de las empresas que contrataron el servicio.

## Conclusiones

Luego de realizar este proyecto se puede concluir que es importante contar con un sistema de gestión de calidad para garantizar que la organización opera correctamente, y una parte fundamental de esto son los procesos de auditoría, que sirven como herramienta de revisión y diagnóstico que evalúa de manera objetiva el desempeño de las distintas áreas.

Se puede afirmar que cuando se trata de métodos analíticos diseñados para determinar cantidades a nivel de trazas, es necesario seguir el procedimiento al pie de la letra, ya que un error que en magnitud puede ser pequeño, puede generar errores relativos muy elevados.

También es importante resaltar que es muy fácil pasar por alto detalles que parecen ser insignificantes pero que como parte de un proceso pueden tener un efecto significativo en el resultado final, por lo que es muy importante prestar atención, especialmente en los procedimientos de análisis cuando un error en su ejecución puede significar un perjuicio para la calidad de vida de las personas.

Las herramientas computacionales son fundamentales para el desarrollo de las actividades científicas y tecnológicas y el conocimiento que se pueda adquirir en este campo es algo que sin duda será útil para cualquier profesional.

Se resalta que el profesional en Ingeniería Química tiene buenas oportunidades cuando se trata de desempeñarse en el área ambiental, ya que los conocimientos de fenómenos de transporte, mecánica de fluidos, química, estadística y análisis instrumental que se adquieren a lo largo de la formación pueden aplicarse de manera muy provechosa para este campo.

Finalmente, se concluye que el análisis de causa raíz es una de las actividades más importantes al momento de buscar acreditarse bajo cualquier norma, puesto que siempre se encontrarán no conformidades y cosas que se pueden mejorar, por lo que es imprescindible conocer y entender la causa de éstos con el fin de evitar que se repitan.



## Referencias Bibliográficas

Área Metropolitana del Valle de Aburrá. [sitio web]. Condiciones especiales del Valle de Aburrá: Factores que incrementan la contaminación en el valle. [Consulta: 4 de enero 2021]. Disponible en: <https://www.metropol.gov.co/ambientales/calidad-del-aire/generalidades/condiciones-especiales>

BARWICK, Vicki and PRICHARD, Elizabeth. (eds.), Eurachem Guide: Terminology in analytical measurement - Introduction to VIM 3, Eurachem, 2011, ISBN 978-0-948926-29-7.

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. DECRETO 1076 (26, mayo, 2015). Por Medio Del Cual Se Expide El Decreto Único Reglamentario Del Sector Ambiente Y Desarrollo Sostenible. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: [https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/decretos/2015/DECRETO\\_1076\\_DEL\\_26\\_DE\\_MAYO\\_DE\\_2015.pdf](https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/decretos/2015/DECRETO_1076_DEL_26_DE_MAYO_DE_2015.pdf)

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Resolución 650 (29, marzo, 2010): Por la cual se adopta el protocolo para el monitoreo y seguimiento de la calidad del aire. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2010.

COLOMBIA. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. Resolución 0268 (6, marzo, 2015). Por La Cual Se Modifica La Resolución 0176 De 2003 Y 1754 De 2008, Y Se Establecen Los Requisitos Y El Procedimiento De Acreditación De Organismos De Evaluación De La Conformidad En Matrices Ambientales, Bajo La Norma NTC-ISO/IEC 17025 En Colombia. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <http://www.ideam.gov.co/documents/51310/56882/Resolución+268+de+2015.pdf/4ec685f0-c683-4d4a-bf11-8b23bb49dda1>

COLOMBIA. INSTITUTO DE HIDROLOGÍA, METEOROLOGÍA Y ESTUDIOS AMBIENTALES. Resolución 0266 (13, MARZO, 2019). Por La Cual Se Renueva Y Extiende La Acreditación A La Sociedad Gestión Y Servicios Ambientales SAS Para Producir Información Cuantitativa, Física, Química Y Biótica Para Los Estudios Y Análisis Ambientales Requerido Por Las Autoridades Ambientales Competentes Y De Carácter Oficial, Relacionada Con La Calidad Del Medio Ambiente Y De Los Recursos Naturales Renovables. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://gsasas.com/nuestra-empresa/resolucion-acreditacion-ideam/>

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. RESOLUCIÓN 1541 (12, noviembre, 2013). Por La Cual Se Establecen Los Niveles Permisibles De Calidad Del Aire O De Inmisión, El Procedimiento Para La Evaluación De Actividades Que Generan Olores Ofensivos Y Se Dictan Otras Disposiciones. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: : <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2013.

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE Y DESARROLLO SOSTENIBLE. Resolución 2087(14, diciembre, 2014). Por La Cual Se Adopta El Protocolo Para El Monitoreo, Control Y Vigilancia De Olores Ofensivos. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2014.

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Resolución 909 (5, junio, 2008). Por la cual se establecen las normas y estándares de emisión admisibles de contaminantes a la atmósfera por fuentes fijas y se dictan otras disposiciones. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/app/resoluciones/f0-Resolución%20909%20de%202008%20%20-%20Normas%20y%20estandares%20de%20emisión%20Fuentes%20fijas.pdf>

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. Resolución 601 (4, abril, 2006). Por la cual se establece la norma de calidad del aire o nivel de inmisión, para todo el territorio nacional en condiciones de referencia. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2006.

COLOMBIA. MINISTERIO DE AMBIENTE, VIVIENDA Y DESARROLLO TERRITORIAL. RESOLUCIÓN 760 (20, abril, 2010). Por la cual se adopta el protocolo para el control y vigilancia de la contaminación atmosférica generada por fuentes fijas. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: <https://www.minambiente.gov.co>. Ruta: Inicio; Normativa; Resoluciones; Resoluciones 2010.

COLOMBIA. PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA. Decreto 2811 (18, diciembre, 1974). Por el cual se dicta el código nacional de recursos naturales renovables y de protección al medio ambiente. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: [https://www.minambiente.gov.co/images/GestionIntegraldelRecursoHidrico/pdf/normativa/Decreto\\_2811\\_de\\_1974.pdf](https://www.minambiente.gov.co/images/GestionIntegraldelRecursoHidrico/pdf/normativa/Decreto_2811_de_1974.pdf)

CONGRESO DE COLOMBIA. LEY 99 (22, diciembre, 1993): Por la cual se crea el ministerio del medio ambiente, se reordena el sector público encargado de la gestión y conservación del medio ambiente y los recursos naturales renovables, se organiza el sistema nacional ambiental, SINA y se dictan otras disposiciones.; Bogotá, 1993. [en línea]. Recuperado en 2021-01-04. Disponible en: [http://www.secretariasenado.gov.co/senado/basedoc/ley\\_0099\\_1993.html](http://www.secretariasenado.gov.co/senado/basedoc/ley_0099_1993.html)

EATON, Andrew, BAIRD, Roger, and RICE, Eugene (eds.). Standard methods for the examination of water & wastewater. 23a ed. Washington, DC: American Public Health Association, 2017.

FELDER, Richard and ROUSSEAU, Ronald. Elementary principles of chemical processes. 3a ed. Danvers, MA: John Wiley & Sons, 2005.

FranceEnvironnement [sitio web]. CO12M. Analyseur de monoxyde carbone. [consulta: 4 de enero de 2021] Disponible en: <https://www.franceenvironnement.com/produit/co12m.%20analyseur%20de%20monoxyde%20carbone>.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Requisitos Generales Para La Competencia De Los Laboratorios De Ensayo Y Calibración. ISO/IEC 17025. Bogotá D.C.: El Instituto, 2017.

Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales [sitio web]. Acreditación. [Consulta: 4 Enero 2021]. Disponible en: <http://www.ideam.gov.co/web/contaminacion-y-calidad-ambiental/acreditacion>

LODGE junior, James. Methods of Air Sampling and Analysis. 3a ed. Boca Raton: Routledge, 1988. ISBN 9780367580230.

MAGNUSSON, Bertil y ÖRNEMARK, Ulf (eds.). The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, (2a ed.). Eurachem, 2014. ISBN 978-91-87461-59-0.6.

ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD. [sitio web]. Contaminación atmosférica. [Consulta: 4 Enero 2021]. Disponible en: [https://www.who.int/phe/health\\_topics/outdoorair/es/](https://www.who.int/phe/health_topics/outdoorair/es/)

ROMMERS, P., and VISSER, J. Spectrophotometric determination of micro amounts of nitrogen as indophenol. The Analyst. 1969, Vol. 94, pp. 653-658. DOI: 10.1039/an9699400653.

SERRAT, Oliver. Knowledge Solutions. New York: Springer, 2017.

SKOOG et al. Fundamentos de Química Analítica. 8a ed. Madrid: Ediciones Paraninfo, 2005. ISBN 8497323335.

THERMO FISHER SCIENTIFIC INC. Model 42I Instruction Manual. Franklin, MA.: Air Quality Instruments, 2015.

THERMO SCIENTIFIC™ [sitio web]. Model 42i (NO-NO<sub>2</sub>-NO<sub>x</sub>) Analyzer. 2015. [consulta; 4 de enero de 2021] Disponible en: <https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/42i#/42i>

UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 50, Appendix C: Measurement Principle and Calibration Procedure for the Measurement of Carbon Monoxide in the Atmosphere (Non-Dispersive Infrared Photometry). Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2020.

UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 50, Appendix F: Measurement Principle and Calibration Procedure for the Measurement of Nitrogen Dioxide in the Atmosphere (Gas Phase Chemiluminescence). Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2019.

UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 53: Ambient Air Monitoring Reference And Equivalent Methods. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2019.

UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 58, Appendix A: Quality Assurance Requirements for Monitors used in Evaluations of National Ambient Air Quality Standards. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2006.

UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Code of Federal Regulations, Title 40, Chapter I, Subchapter C, Part 53, Subpart B Procedures for Testing Performance Characteristics of Automated Methods for SO<sub>2</sub>, CO, O<sub>3</sub>, and NO<sub>2</sub>. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2011.

UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. List of Designated Reference and Equivalent Methods. Washington: AIR METHODS & CHARACTERIZATION DIVISION, 2020.

UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurement Systems. Volume II Ambient Air Quality Monitoring Program.. Washington: Office of Air Quality Planning and Standards, 2017.

UNITED STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Standard Operating Procedure: Thermo Environmental Instruments Model 48C Trace Level Gas Filter Correlation Carbon Monoxide Analyzer .. North Carolina: Office of Air Quality Planning and Standards, 2009.

# ANEXO A: Resultados de la confirmación para el equipo Thermo Environmental Instruments Modelo 42i.

MUESTRA	Día 1		Día 2		Día 3		Día 4		Día 5		Día 6		Día 7		Promedio	Desviación Estándar	Valor Teórico	% C/V	% Error	T Bajo	T Alto	Limite superior del intervalo de confianza del 95%	Limite inferior del intervalo de confianza del 95%	% de datos dentro del intervalo de confianza	
	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados											
PUNTO QC (ppb)	A	24.300	23.700	24.500	23.100	24.500	23.100	24.500	23.100	22.200	21.300	21.300	24.100	23.200	23.56	1.02	24.01	4.32	1.85	2.22	1.21	21.39	25.74	92.86	
	B	24.400	22.900	24.500	24.100	24.500	24.100	24.500	24.100	22.800	24.800	24.800	23.200	23.200	1.46	0.79	0.00	N.A*	N.A*	1.33	1.44	-0.24	3.15	100.00	
CHEQUEO CERO (ppb)	A	2.400	0.600	1.300	2.600	1.300	2.600	1.300	2.600	0.400	1.400	1.400	1.500	1.500	33.39	1.15	34.51	3.44	3.23	1.65	1.40	30.94	35.85	100.00	
	B	2.400	0.600	1.300	2.600	1.300	2.600	1.300	2.600	0.400	1.400	1.400	1.500	1.500	65.23	1.41	64.81	2.16	0.65	1.94	1.40	62.21	68.24	100.00	
CURVA DE CALIBRACIÓN (ppb)	A2	34.300	34.300	34.600	32.300	34.600	32.300	34.600	32.300	33.600	31.500	31.500	32.000	34.400	96.00	1.16	96.71	1.18	1.33	1.47	1.47	96.52	100.48	100.00	
	B2	32.300	33.900	32.600	34.200	32.600	34.200	32.600	34.200	32.300	35.000	35.000	34.400	34.400	135.43	1.46	135.11	1.08	0.24	1.60	1.70	132.31	136.55	100.00	
	A3	65.100	66.400	67.200	65.300	67.200	65.300	67.200	65.300	65.300	62.500	62.500	64.800	64.800	161.86	0.86	162.08	0.53	0.14	1.45	1.44	160.01	163.71	100.00	
	B3	65.100	66.400	67.200	65.300	67.200	65.300	67.200	65.300	65.300	62.500	62.500	64.800	64.800	2.47	0.23	3.81	9.18	35.12**	1.20	1.45	1.99	2.96	100.00	
	A4	97.100	99.700	99.000	98.400	99.000	98.400	99.000	98.400	98.400	96.300	96.300	97.100	97.100	23.56	1.02	24.01	4.32	1.85	2.22	1.21	21.39	25.74	92.86	
CHEQUEO SPAN (ppb)	A	162.500	162.300	161.200	161.100	161.200	161.100	161.200	161.100	163.100	160.600	160.600	162.200	162.200	98.26	1.32	96.71	1.35	1.60	1.48	2.15	96.42	101.09	92.86	
	B	162.500	162.300	161.200	161.100	161.200	161.100	161.200	161.100	163.100	160.600	160.600	162.200	162.200	0.20	0.18	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A	
DESEMPEÑO ANUAL ANALIZADOR (ppb)	A1	2.100	2.400	2.600	2.600	2.600	2.600	2.600	2.600	2.800	2.800	2.800	2.800	2.800	1.64	2.06	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A	N.A
	B1	2.200	2.700	2.500	2.300	2.500	2.300	2.500	2.300	2.200	2.200	2.200	2.600	2.600	1.00	0.01	N.A	0.53	N.A	1.57	1.40	0.991	1.013	100.00	
EFICIENCIA DE CONVERSIÓN (%)	A	1.006	1.010	0.994	1.003	0.994	1.003	0.994	1.003	1.009	0.998	0.998	1.005	1.005	1.000	0.0000	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal	1.0194
	B	1.008	0.995	0.996	0.998	0.996	0.998	0.998	0.998	1.002	1.003	1.003	1.004	1.004	0.0032	0.4388									
COEFICIENTE DE DETERMINACIÓN (R <sup>2</sup> )	A	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.0000									
	B	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.0119	0.0032									
Pendientes (m)	A	1.010	1.008	1.013	1.011	1.011	1.011	1.011	1.011	1.008	1.009	1.008	1.008	1.008	-0.7968	0.4388									
	B	1.014	1.018	1.013	1.016	1.013	1.016	1.013	1.016	1.014	1.014	1.010	1.012	1.012											
Interceptos (b)	A	-1.520	-1.174	-1.170	-0.609	-0.205	-0.411	-0.253	-0.411	-0.253	-0.411	-0.253	-0.253	-0.253											
	B	-0.853	-1.260	-0.817	-1.366	-0.535	-0.302	-0.682	-0.302	-0.535	-0.302	-0.682	-0.682	-0.682											

\*El coeficiente de variación y el porcentaje de error no son criterios aplicables al cero, puesto que ambos se calculan dividiendo por cero o un valor cercano a cero, lo que causa valores indeterminados o muy elevados.

\*\*El valor máximo permisible para este porcentaje de error es de 50% al tratar de una muestra cuyo concentración es cercana al límite de detección definido por el método de referencia, además de ser una cantidad cuyo valor teórico puede variar en cada análisis debido a la naturaleza del mismo.

Fecha del informe de confirmación:			2020-09-16					
Parámetro	Valor referencia	Unidades	Valor obtenido	Unidades	Criterio	Conformidad		
Rango de trabajo (full scale)	0 - 200	ppb	N.A	ppb	N.A	N.A		
Chequeo QC 1 punto	24,01	ppb	23,56	ppb	%Error ≤ 15,1	CUMPLE		
Chequeo cero	0,00	ppb	1,46	ppb	Diferencia ≤ 3,1 (ppb)	CUMPLE		
Chequeo span	162,08	ppb	161,86	ppm	≤ 15,1 %	CUMPLE		
Desviación del Cero (24h)	≤ 3,1	ppb	0,20	ppb	Variación ≤ 3,1 ppb	CUMPLE		
Desviación del Cero (24h - 14d)	≤ 5,1	ppb	2,20	ppb	Variación ≤ 5,1 ppb	CUMPLE		
Desviación del Span	≤ 10,1	%	1,64	%	Variación ≤ 10,1 %	CUMPLE		
Rango de temperatura shelter	20 - 30	°C	26,14 - 26,75	°C	20°C ≤ T ≤ 30°C	CUMPLE		
Temperatura de control shelter	≤ 2,1	°C	1,87	°C	Desv. Estándar ≤ 2,1°C	CUMPLE		
Chequeo dispositivo de medición de temperatura shelter	≤ 2,1	°C	0,06	°C	Desv. Estándar ≤ 2,1°C Respecto al patrón	CUMPLE		
Desempeño anual analizador	nivel auditoría	1	3,81	ppb	2,47	ppb	≤ 15,1 % ó 1,5 ppb	CUMPLE
		2	24,01	ppb	23,56	ppb	≤ 15,1 % ó 1,5 ppb	CUMPLE
		3	96,71	ppb	98,26	ppb	≤ 15,1 %	CUMPLE
Curva de Calibración	% FE	200	ppb	--	--	--	--	
	0,0%	0,00	ppb	1,46	ppb	Diferencia respecto a la mejor curva ≤ 1,5 ppb ó 2,1 %	--	
	17,3%	35	ppb	33,39	ppb		CUMPLE	
	32,4%	65	ppb	65,23	ppb		CUMPLE	
	48,4%	97	ppb	98,00	ppb		CUMPLE	
	67,6%	135	ppb	135,43	ppb		CUMPLE	
	81,0%	162	ppb	161,86	ppb			
	Pendiente	1,00	N.A	1,01	N.A	0,95 - 1,05	CUMPLE	
	Intercepto	N.A	ppb	-0,80	ppb	N.A	N.A	
Coef. de Determinación	1,000	N.A	1,000	N.A	≥ 0,998	CUMPLE		
Límite de detección instrumental	> 0,54	ppb	1,12	ppb	> 0,54 ppb Rango Estándar	CUMPLE		
Ruido So	≤ 0,5	ppb	0,27	ppb	≤ 0,5 ppb Rango Estándar	CUMPLE		
Precisión	≤ 15,1	%CV	4,07	%CV	≤ 15,1 %	CUMPLE		
Sesgo	≤ 15,1	%	-5,82	%	≤ 15,1 %	CUMPLE		
Eficiencia de Conversión	≥ 96	%	100,21	%	< 20 seg	≥ 96		
Tiempo de residencia	< 20	seg	6,03	seg	< 20 seg	CUMPLE		
Unidades de Reporte	--	ppb	--	ppb	---	CUMPLE		
Características Aire Cero	Concentraciones inferiores al límite de detección		1,00 ppb		Certificado de Análisis o Calibración	CUMPLE		
Características Sistema de Dilución	Exactitud +/- 2,1%		1,00 ppb		Certificado de Análisis o Calibración	CUMPLE		
Características Patrón de Calibración	Cilindro de NO trazable NIST con menos de 1 ppm de NO2		Conc. NO (ppm): 15,56 Conc. NOx (ppm): 15,8		Certificado de Análisis o Calibración	CUMPLE		



## ANEXO B: Resultados de la confirmación del equipo Thermo Environmental Instruments Modelo 48C.

MUESTRA	Día 1 16/09/2020		Día 2 17/09/2020		Día 3 18/09/2020		Día 4 19/09/2020		Día 5 21/09/2020		Día 6 22/09/2020		Día 7 23/09/2020		Promedio	Desviación Estándar	Valor Teórico	% C/V	% Error	T Bajo	T Alto	Limite inferior del intervalo de confianza.	Limite superior del intervalo de confianza.	% de Datos en el intervalo de confianza.
	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados	Resultados										
PUNTO QC (ppm)	A	3.806	3.801	3.799	3.813	3.759	3.829	3.759	3.759	3.829	3.759	3.829	3.759	3.829	3.79	0.03	4.00	0.86	5.17	1.67	1.64	3.72	3.86	100.00
	B	3.794	3.847	3.751	3.739	3.751	3.739	3.751	3.739	3.751	3.739	3.751	3.739	3.751	3.79	0.03	4.00	0.86	5.17	1.67	1.64	3.72	3.86	100.00
CHEQUEO CERO (ppm)	A	0.092	0.069	0.023	0.010	0.023	0.010	0.023	0.010	0.023	0.010	0.023	0.010	0.023	0.04	0.03	0.00	N.A	N.A	1.03	1.82	-0.02	0.10	100.00
	B	0.075	0.022	0.017	0.012	0.017	0.012	0.017	0.012	0.017	0.012	0.017	0.012	0.017	0.04	0.03	0.00	N.A	N.A	1.03	1.82	-0.02	0.10	100.00
CURVA DE CALIBRACIÓN (ppm)	A2	FALSO	10.249	10.064	9.950	9.850	9.840	9.729	9.596	9.840	9.729	9.596	9.840	9.729	9.90	0.22	10.00	2.26	0.95	1.38	1.53	9.41	10.40	100.00
	B2	FALSO	10.249	10.064	9.950	9.850	9.840	9.729	9.596	9.840	9.729	9.596	9.840	9.729	9.90	0.22	10.00	2.26	0.95	1.38	1.53	9.41	10.40	100.00
	A3	19.784	19.937	20.051	19.919	19.534	19.391	19.480	19.391	19.480	19.391	19.480	19.391	19.480	19.73	0.25	20.00	1.26	1.36	1.36	1.30	19.19	20.26	100.00
	B3	19.784	19.937	20.051	19.919	19.534	19.391	19.480	19.391	19.480	19.391	19.480	19.391	19.480	19.73	0.25	20.00	1.26	1.36	1.36	1.30	19.19	20.26	100.00
	A4	30.057	29.914	29.771	29.886	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.65	0.34	30.00	1.16	1.16	1.57	1.18	28.91	30.39	100.00
	B4	30.057	29.914	29.771	29.886	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.586	29.65	0.34	30.00	1.16	1.16	1.57	1.18	28.91	30.39	100.00
	A5	39.429	39.957	40.414	40.171	40.443	39.771	40.443	39.771	40.443	39.771	40.443	39.771	40.443	39.99	0.36	40.00	0.91	0.04	1.53	1.26	39.20	40.77	100.00
	B5	39.429	39.957	40.414	40.171	40.443	39.771	40.443	39.771	40.443	39.771	40.443	39.771	40.443	39.99	0.36	40.00	0.91	0.04	1.53	1.26	39.20	40.77	100.00
CHEQUEO SPAN (ppm)	A	49.900	50.029	50.071	49.957	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.79	0.32	50.00	0.64	0.43	1.52	0.90	49.10	50.47	100.00
	B	49.900	50.029	50.071	49.957	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.929	49.79	0.32	50.00	0.64	0.43	1.52	0.90	49.10	50.47	100.00
DESEMPEÑO ANUAL ANALIZADOR (ppm)	A1	1.020	1.084	1.059	1.030	1.021	1.020	1.020	1.020	1.021	1.020	1.020	1.020	1.020	1.11	0.08	1.20	7.34	7.09	1.16	2.29	0.94	1.29	92.86
	B1	1.159	1.139	1.119	1.190	1.177	1.143	1.147	1.147	1.143	1.147	1.143	1.147	1.147	1.11	0.08	1.20	7.34	7.09	1.16	2.29	0.94	1.29	92.86
	A2	3.806	3.801	3.799	3.780	3.813	3.780	3.813	3.780	3.813	3.780	3.813	3.780	3.759	3.79	0.03	4.00	0.86	5.17	1.67	1.64	3.72	3.86	100.00
	B2	3.794	3.847	3.751	3.766	3.739	3.766	3.739	3.766	3.739	3.766	3.739	3.766	3.739	3.79	0.03	4.00	0.86	5.17	1.67	1.64	3.72	3.86	100.00
DESVIACIÓN CERO (ppm)	A	N.A	0.023	0.046	0.013	0.026	0.015	0.026	0.015	0.026	0.015	0.026	0.015	0.004	0.03	0.02	N.A	N.A	N.A	1.00	2.14	-0.02	0.08	100.00
	B	N.A	0.053	0.005	0.005	0.075	0.041	0.075	0.041	0.075	0.041	0.075	0.041	0.012	0.23	0.25	N.A	N.A	N.A	1.00	2.14	-0.02	0.08	100.00
DESVIACIÓN SPAN (%)	A	N.A	0.129	0.043	0.114	0.029	0.614	0.029	0.614	0.029	0.614	0.029	0.614	0.014	0.23	0.25	N.A	N.A	N.A	0.89	2.19	-0.31	0.77	100.00
	B	N.A	0.257	0.443	0.157	0.129	0.771	0.129	0.771	0.129	0.771	0.129	0.771	0.100	0.23	0.25	N.A	N.A	N.A	0.89	2.19	-0.31	0.77	100.00
COEFICIENTE DE DETERMINACIÓN (R²)	A	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.0000	0.0000	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal						1.0091	
	B	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.0000	0.0000								
Pendientes (m)	A	0.993	0.997	1.003	1.001	1.004	0.999	0.999	0.999	0.999	0.999	0.999	0.999	0.999	0.9951	0.0059	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal						1.0091	
	B	1.000	0.994	1.001	0.994	0.993	0.986	0.986	0.986	0.986	0.986	0.986	0.986	0.986	0.9851	0.0059								
Interceptos (b)	A	0.067	0.104	-0.006	-0.044	-0.200	-0.181	-0.195	-0.181	-0.195	-0.181	-0.195	-0.181	-0.195	-0.0482	0.1109	Nivel de aceptación con una probabilidad de 95% en una distribución normal						1.0091	
	B	-0.065	0.104	-0.006	-0.008	0.031	-0.095	-0.206	-0.095	-0.206	-0.095	-0.206	-0.095	-0.206	-0.0482	0.1109								

*Nota: El coeficiente de variación y el porcentaje de error no son criterios aplicables al cero, puesto que ambos se calculan dividiendo por cero o un valor cercano a cero, lo que causa valores indeterminados o muy elevados.*

Parámetro			Valor referencia	Unidades	Valor obtenido	Unidades	Criterio	Conformidad
Rango de trabajo (full scale)			0 - 50	ppm	N.A	ppm	N.A	N.A
Chequeo QC 1 punto			4,00	ppm	3,79	ppm	%Error $\leq 10,1$	CUMPLE
Chequeo cero			0,00	ppm	0,04	ppm	Diferencia $\leq 0,41$ (ppm)	CUMPLE
Chequeo span			50,00	ppm	49,79	ppm	$\leq 10,1\%$	CUMPLE
Desviación del Cero (24h)			$\leq 0,41$	ppm	0,03	ppm	Variación $\leq 0,41$ ppm	CUMPLE
Desviación del Cero (24h - 14d)			$\leq 0,61$	ppm	0,08	ppm	Variación $\leq 0,61$ ppm	CUMPLE
Desviación del Span			$\leq 10,1$	%	0,23	%	Variación $\leq 10,1\%$	CUMPLE
Rango de temperatura shelter			20 - 30	°C	23,78 - 23,99	°C	$20^{\circ}\text{C} \leq T \leq 30^{\circ}\text{C}$	CUMPLE
Temperatura de control shelter			$\leq 2,1$	°C	1,71	°C	Desv. Estándar $\leq 2,1^{\circ}\text{C}$	CUMPLE
Chequeo dispositivo de medición de temperatura shelter			$\leq 2,1$	°C	0,06	°C	Desv. Estándar $\leq 2,1^{\circ}\text{C}$ Respecto al patrón	CUMPLE
Desempeño anual analizador	nivel auditoria	1	1,11	ppm	1,20	ppm	$\leq 15,1\%$ ó $0,031$ ppm	CUMPLE
		2	3,79	ppm	4,00	ppm	$\leq 15,1\%$ ó $0,031$ ppm	CUMPLE
		3	9,96	ppm	10,00	ppm	$\leq 15,1\%$	CUMPLE
Curva de Calibración	% FE		50	ppm	--	--	--	--
	0,0%		0,00	ppm	0,04	ppm	Diferencia respecto a la mejor curva $\leq 0,03$ ppm ó $2,1\%$	CUMPLE
	20,0%		10	ppm	9,90	ppm		CUMPLE
	40,0%		20	ppm	19,73	ppm		CUMPLE
	60,0%		30	ppm	29,65	ppm		CUMPLE
	80,0%		40	ppm	39,99	ppm		CUMPLE
	100,0%		50	ppm	49,79	ppm		CUMPLE
	Pendiente		1,00	N.A	1,00	N.A	0,95 - 1,05	CUMPLE
	Intercepto		N.A	ppm	-0,05	ppm	N.A	N.A
Coef. de Determinación		1,000	N.A	1,000	N.A	$\geq 0,998$	CUMPLE	
Límite de detección instrumental			$\leq 0,4$	ppm	0,34	ppm	$\leq 0,4$ ppm Rango Estándar	CUMPLE
Ruido So			$\leq 0,2$	ppm	0,03	ppm	$\leq 0,2$ ppm Rango Estándar	CUMPLE
Precisión			$\leq 10,1$	%CV	1,11	%CV	$\leq 10,1\%$	CUMPLE
Sesgo			$\leq 10,1$	%	- 5,56	%	$\leq 10,1\%$	CUMPLE
Tiempo de residencia			< 20	seg	6,03	seg	< 20 seg	CUMPLE
Unidades de Reporte			--	ppm	--	ppm	---	CUMPLE
Características Aire Cero			Menos de 0,1 ppm de CO		5,00 ppm		Certificado de Análisis o Calibración	CUMPLE
Características Sistema de Dilución			Exactitud +/- 2,1%		5,00 ppm		Certificado de Análisis o Calibración	CUMPLE
Características Patrón de Calibración			Cilindro de CO trazable NIST		Conc. CO (ppm): 4996		Certificado de Análisis o Calibración	CUMPLE