



**UNIVERSIDAD
DE ANTIOQUIA**

**ESTANDARIZACIÓN DE MÉTODOS
FISICOQUÍMICOS PARA EL ANÁLISIS DE
CALIDAD DE AGUAS CRUDAS Y RESIDUALES –
DBO5, DQO, GyA, SST-**

Autor(es)
Mauricio Londoño Figueroa

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería de
Materiales
Medellín, Colombia
2020



Estandarización De Métodos Físicoquímicos Para El Análisis De Calidad De Aguas Crudas Y Residuales –DBO₅, DQO, GyA, SST-

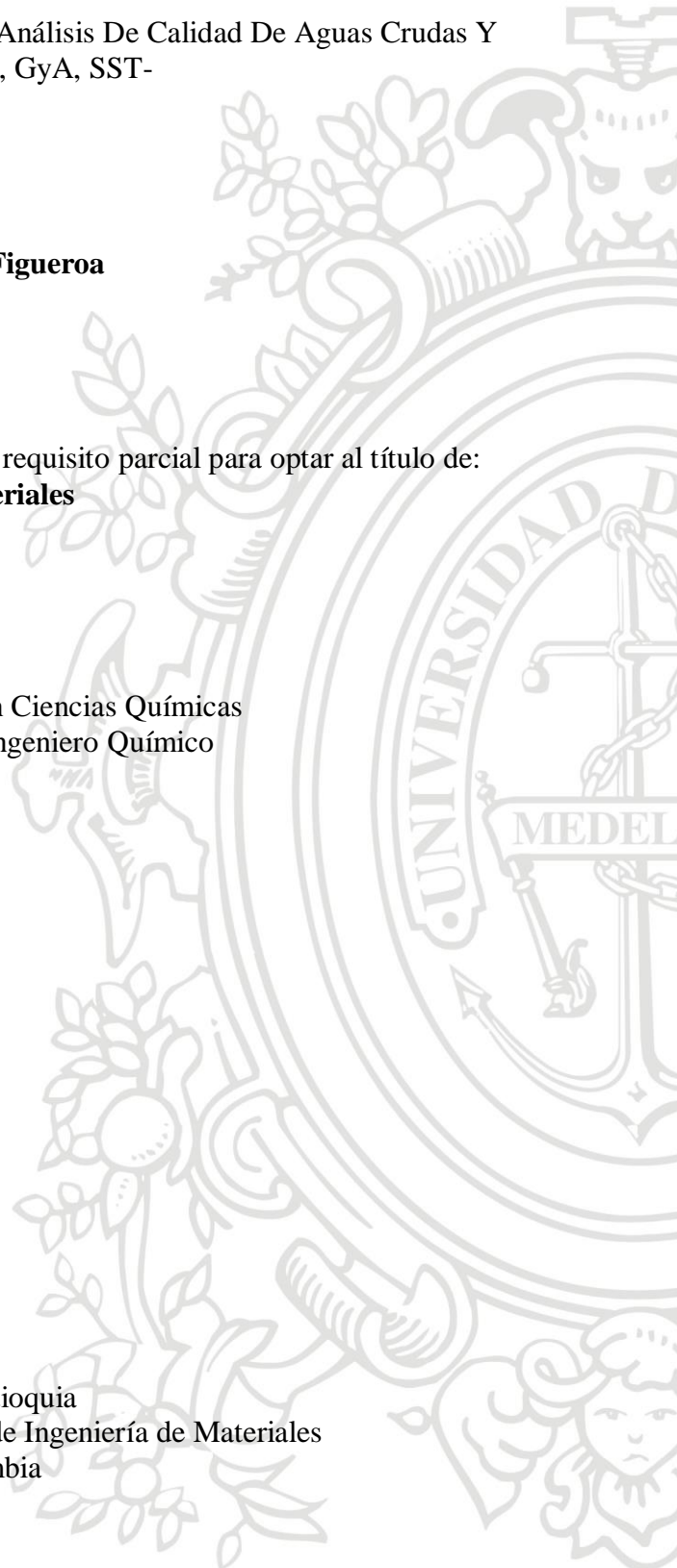
Mauricio Londoño Figueroa

Tesis o trabajo de investigación presentada(o) como requisito parcial para optar al título de:
Ingeniero de Materiales

Asesores (a):

Carmiña Gartner Vargas, PhD en Ciencias Químicas
Jhon Fredy Cardona Ospina, Ingeniero Químico

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería de Materiales
Medellín, Colombia
2021



CONTENIDO

1	Introducción.....	4
2	Planteamiento del problema	4
3	Justificación.....	5
4	Marco Teórico	5
4.1	Métodos fisicoquímicos a acreditar.....	6
4.1.1	Demanda Bioquímica De Oxígeno	6
4.1.2	Demanda Química De Oxígeno	6
4.1.3	Grasas y Aceites.....	6
4.1.4	Sólidos Suspendidos Totales	6
5	Metodología.....	7
6	Cumplimiento de Objetivos	8
6.1	Cumplimiento de los objetivos generales	8
6.2	Cumplimiento de los objetivos específicos	8
7	Descripción de otros resultados obtenidos	11
8	Resultados adicionales	12
9	Cumplimiento de la metodología	12
9.1	Documentación técnica y de calidad	12
9.2	Adecuación de las instalaciones físicas	14
9.3	Adquisición De Equipos, Materiales E Insumos.....	15
9.4	Establecimiento y diseño de planes de mantenimiento metrológico.....	18
9.5	Validación de los métodos de análisis	18
10	Proyección de los resultados obtenidos frente a los impactos registrados en la propuesta	19
11	Conclusiones	20
12	Siglas y abreviaturas	20
13	Referencias bibliográficas	20
14	Anexos	21

ESTANDARIZACIÓN DE MÉTODOS FÍSICOQUÍMICOS PARA EL ANÁLISIS DE CALIDAD DE AGUAS CRUDAS Y RESIDUALES –DBO₅, DQO, GyA, SST-

Resumen

Este proyecto consistió en el *montaje, estandarización y validación de* cuatro parámetros fisicoquímicos de análisis de aguas crudas y residuales en el Laboratorio de Calidad de Aguas de la empresa ECOCHEMICAL S.A.S., con el fin de dejar lista toda la documentación técnica y adecuaciones físicas del laboratorio para la visita de un ente acreditador como la ONAC o el IDEAM y así poder prestar el servicio de extensión como laboratorio acreditado a mediano o largo plazo. En el proyecto se implementó una serie de metodologías basadas en normas estándares: ISO 17025/2005 para todos los requerimientos de calidad y técnicos del laboratorio y Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd Edition para la estandarización y validación de los métodos de ensayo.

1 Introducción

La empresa ECOCHEMICAL S.A.S. con sede principal en Medellín-Antioquia cuenta con más de 8 años de experiencia en el campo de la ingeniería aplicada, desarrollo de tecnologías y procesos sostenibles que ha llevado a cabo en el ámbito local y regional, principalmente en el oriente antioqueño. Entre los principales servicios que presta la empresa se puede encontrar: *monitoreo de aguas y medición de parámetros fisicoquímicos de calidad del agua* (crudas, residuales y potables); *elaboración de informes de permiso de vertimiento* (Decreto 1076 de 2015); *diseño, construcción y operación de Plantas de Tratamiento de Aguas-PTAR* (potables y residuales); *implementación de sistemas de gestión de calidad basados en normas internacionales* (ISO 9001/2015, ISO 17025/2005, ISO 14001/2004, entre otras). Todos ellos integrados bajo el concepto de S.I.P.L. (Solución Integral De Producción Limpia Y Sostenible) [1].

2 Planteamiento del problema

Uno de los compuestos más esenciales para la supervivencia de todas las formas conocidas de vida es el agua. La gran mayoría de ella se encuentra en los océanos, y el restante se halla en los casquetes polares, los acuíferos, los permafrost, los glaciares continentales, los lagos, la humedad del suelo, la atmósfera, los embalses, los ríos y los seres vivos [2]. En la naturaleza no se encuentra agua pura porque normalmente está contaminada por el aire y el suelo. Las impurezas pueden provenir de la degradación biológica de sustancias orgánicas que producen ácidos grasos, carbohidratos, aminoácidos e hidrocarburos; de sustancias inorgánicas como metales tóxicos, material particulado como arcillas y sedimentos; y de microorganismos como bacterias, virus y protozoos [3]. Además, la contaminación en las fuentes hídricas se incrementa por los vertimientos de efluentes residuales de algunas industrias y poblaciones en las grandes ciudades principalmente.

En Colombia, mediante el Decreto 3930 de 2010, el Decreto 1076 de 2015 y la Resolución 0631 de 2015 se ha normalizado la gestión, vigilancia y control de los vertimientos y el buen manejo del recurso hídrico o matriz agua, los cuales exigen la caracterización de los vertimientos de agua residual de los diferentes sectores mediante análisis fisicoquímicos realizados en laboratorios acreditados. Sumado a esto, el crecimiento industrial y poblacional actual ha aumentado la demanda de análisis de aguas, que actualmente los laboratorios acreditados en Medellín y sus áreas cercanas no alcanzan a satisfacerlas. Según datos actuales del IDEAM y el ONAC [4], [5], Antioquia cuenta con aproximadamente 25 laboratorios acreditados que no alcanzan a cubrir la

demanda regional de análisis tanto para aguas potables, como aguas crudas y residuales. Así mismo, Antioquia no cuenta con laboratorios acreditados en las subregiones del Occidente, Norte, Nordeste, Bajo Cauca, Magdalena Medio y Suroeste.

En conclusión, Antioquia no dispone con los suficientes laboratorios de análisis de aguas para cubrir la demanda creciente actual, por lo cual se pretende acreditar el laboratorio de la empresa ECOCHEMICAL S.A.S. como una alternativa para la prestación de este tipo de servicios y cubrir la demanda potencial debida al crecimiento urbanístico e industrial de la región.

3 Justificación

ECOCHEMICAL S.A.S. identifica que es de vital importancia para el crecimiento empresarial, gestión financiera y ambiental de la compañía, ofrecer la prestación del servicio de un laboratorio acreditado en matriz agua a los actuales y nuevos usuarios, para el análisis de los parámetros básicos de calidad de aguas residuales y crudas que se describen en la presente propuesta.

El objetivo principal del proyecto es validar y estandarizar los ensayos fisicoquímicos de: Demanda Biológica de Oxígeno (DBO₅), Demanda Química de Oxígeno (DQO), Grasas y Aceites (GyA), Sólidos Suspendidos Totales (SST), para una posterior acreditación mediante un ente acreditador como la ONAC o el IDEAM con el fin de satisfacer la creciente demanda de análisis de aguas (crudas y residuales) tanto a nivel local como nacional. La metodología que se empleará, será la implementación y validación de los métodos de interés siguiendo las directrices del *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd Edition* y apoyándose en un Sistema de Gestión de Calidad previamente efectuado y basado en la Norma Técnica Colombiana NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de Laboratorios de Ensayo y Calibración.

4 Marco Teórico

El Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible en uso de sus facultades legales y en especial las conferidas por los Decretos 3930 y 4728 de 2010 establece, a través de la Resolución 0631 de 2015 los parámetros y los valores límites máximos permisibles que deberán cumplir quienes realizan vertimientos puntuales (descarga de aguas residuales) a los cuerpos de aguas superficiales y a los sistemas de alcantarillado público. Igualmente, se establecen los parámetros objeto de análisis y reporte por parte de las actividades industriales, comerciales o de servicios [6]. La información de los resultados de los análisis y cuantificación de los parámetros específicos aplicables deberá suministrarla el responsable de la actividad a la Corporación Autónoma Regional (CAR) competente. Dichos análisis deben ser ejecutados en un laboratorio que cuente con acreditación vigente en matriz agua, de lo contrario, no serán aceptados por la Autoridad Ambiental.

Aguas Residuales Domésticas – ARD: son las procedentes de hogares e instalaciones donde se desarrollan actividades industriales, comerciales o de servicios y que son generadas por actividades cotidianas como servicios sanitarios, duchas, pocetas, lavado de pisos y paredes, lavado de ropa, etc.

Aguas Residuales no Domésticas – ARnD: son las procedentes de las actividades industriales, comerciales o de servicios distintas a las que constituyen aguas residuales domésticas – ARD.

4.1 Métodos fisicoquímicos a acreditar

4.1.1 Demanda Bioquímica De Oxígeno

La demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅) es una prueba empírica que permite determinar la cantidad de oxígeno necesaria, para la biodegradación de materia orgánica en aguas naturales, residuales domésticas y residuales industriales; su determinación permite evaluar la calidad del agua de los cuerpos receptores. La prueba mide el oxígeno molecular utilizado durante un tiempo específico de incubación, para la degradación bioquímica de materia orgánica (requerimiento de carbono) y el oxígeno usado para oxidar los materiales inorgánicos tales como sulfuros y el ion ferroso.

El proceso se realiza bajo condiciones controladas, 20°C en la oscuridad y por un tiempo de incubación de 5 días. El oxígeno disuelto es medido inicialmente y después del periodo de incubación para obtener la diferencia entre ellos al final. La disminución de la cantidad de oxígeno disuelto, produce la medida de la DBO₅ [7].

4.1.2 Demanda Química De Oxígeno

La demanda química de oxígeno (DQO) determina la cantidad de un reactivo oxidante requerido para oxidar la materia orgánica e inorgánica en una muestra bajo condiciones controladas de agente oxidante, temperatura y tiempo. La cantidad de reactivo oxidante se expresa como cantidad equivalente de oxígeno (O₂). En el presente método, se utiliza dicromato de potasio como agente oxidante debido a sus propiedades químicas únicas que permiten oxidar de forma cuantitativa tanto los componentes orgánicos como inorgánicos en la muestra, pasando de ion dicromato (CrO₇²⁻) a ion crómico (Cr³⁺), mediante reflujo en una solución fuertemente ácida con exceso conocido de Dicromato de Potasio (K₂Cr₂O₇) en presencia de Sulfato de Plata (AgSO₄) que actúa como agente catalizador y de sulfato de mercurio (HgSO₄) el cual se utiliza para remover interferencias por haluros. Tanto el dicromato como el ion crómico son compuestos coloreados que absorben en la región del visible a 400 y 600 nm respectivamente. Cuando se requiera determinar muestras entre 100 y 900 mg O₂/L (rango alto), se debe determinar el incremento del Ion crómico a 600 nm. Para valores menores de 90 mg O₂/L (rango bajo) se mide la disminución de ion dicromato a 420 nm [8].

4.1.3 Grasas y Aceites

Los jabones metálicos solubles se hidrolizan por acidificación. Algunos aceites y/o grasas presentes se separan de las muestras líquidas por filtración. Después de la extracción en un equipo Soxhlet, el residuo remanente después de la evaporación del solvente se pesa con el fin de determinar el contenido de grasa y/o aceite en la muestra. Los compuestos volátiles por debajo de 103°C se perderán cuando se hayan secado totalmente [9].

4.1.4 Sólidos Suspendidos Totales

Los sólidos suspendidos totales o el residuo no filtrable de una muestra de agua natural, residual industrial o doméstica, se definen como la porción de sólidos retenidos por un filtro de fibra de vidrio que posteriormente se seca a 103-105 °C hasta peso constante. Si el material suspendido taponara el filtro y prolonga la filtración, se hace necesario incrementar el diámetro del filtro o disminuir el volumen de muestra. La diferencia entre los sólidos totales y los sólidos disueltos totales puede dar un estimativo de los sólidos suspendidos totales. La determinación es útil para el control de las operaciones en plantas de tratamiento de aguas residuales, porque

ofrece un cálculo aproximado de la cantidad de materia orgánica presente en la fracción sólida del agua residual, lodos activados y residuos industriales [10].

5 Metodología

- I. **Gestión documental:** se realizará el montaje documental y gestión, tanto de los documentos de requisitos técnicos, así como de los documentos de control de calidad.
- II. **Adecuar y mejorar las instalaciones físicas:** para el desarrollo del proyecto se dispondrá de un área asignada en la empresa para la sección de laboratorios, donde se tendrán las siguientes áreas o zonas:
 - *Zona de recepción de las muestras:* para ello se empleará la zona del parqueadero de la empresa.
 - *Zona de análisis fisicoquímicos:* se utilizará una habitación completa y aislada para la realización de las pruebas.
 - *Zona de almacenamiento de muestras y cuarto de temperatura:* en esta zona se ubicarán los equipos tales como neveras, hornos, incubadoras y sus semejantes, necesarios para el almacenamiento y procesamiento de las muestras.
 - *Zona de limpieza, lavado y disposición de residuos:* se adecuará una zona específica para el lavado de vidriería u otros equipos de laboratorio y para la gestión de los residuos.
 - *Zona de análisis instrumental:* se fijará una zona específica para el manejo y gestión de equipos de análisis instrumental.
 - *Área de almacenamiento de reactivos, estándares y zona de pesaje:* se designará un área definida únicamente para el almacenamiento, manejo y protección de los reactivos y estándares, así mismo, se ubicarán las balanzas para realizar las medidas de peso.
- III. **Implementación del Plan de Aseguramiento Metrológico (PAM):** se realizará un diagnóstico de los equipos de laboratorio con los que cuenta la empresa actualmente, además de la compra de nuevos equipos necesarios para el proceso de acreditación de los parámetros de calidad. Seguido a esto, se diseñará el PAM de todos los equipos de laboratorio y puesta en marcha de los mismos para el montaje de los métodos de ensayo a acreditar.
- IV. **Validación y estandarización de métodos analíticos:** se implementarán las metodologías de las guías de validación de métodos analíticos para el análisis de la calidad de aguas soportadas en el *Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 23rd Edition* y la guía ILAC (Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios), para la estandarización de los métodos analíticos de interés, los cuales se citan a continuación:

Demanda Bioquímica de Oxígeno	S.M. 5210 B
Demanda Química de Oxígeno	S.M. 5220 D
Sólidos Suspendidos Totales	S.M. 2540 D
Grasas y Aceites	S.M. 5520 D

El método de validación será por verificación, debido a que se implementarán técnicas de análisis normalizadas internacionalmente.

V. **Gestión y trámite de auditoría interna:** se solicitará una auditoría interna por parte de la empresa ECOCHEMICAL S.A.S. a cargo de la dirección, para revisión y evaluación del proceso de acreditación con el fin de implementar mejoras en el alcance del trabajo.

VI. **Informe final**

6 Cumplimiento de Objetivos

6.1 Cumplimiento de los objetivos generales

OBJETIVO GENERAL:	Estandarizar y validar en el laboratorio de ECOCHEMICAL S.A.S. los métodos fisicoquímicos para el análisis de calidad de las aguas crudas y residuales – Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO ₅), Demanda Química de Oxígeno (DQO), Grasas y Aceites (GyA), Sólidos Suspendedos Totales (SST)	% de cumplimiento:	95%
RESULTADO OBTENIDO	ANEXO SOPORTE DEL DESARROLLO Y OBTENCIÓN DE RESULTADOS	DIFICULTADES	OBSERVACIONES
Los métodos se encuentran estandarizados y validados, falta la auditoría interna a cargo de la dirección de ECOCHEMICAL S.A.S.	<p>Se hace entrega de los siguientes documentos para cada parámetro fisicoquímico de análisis de calidad del agua (DBO₅, DQO, GyA, SST):</p> <ul style="list-style-type: none"> • <i>Procedimiento de análisis fisicoquímico</i> • <i>Plan de validación e incertidumbre</i> • <i>Formato validación del método</i> • <i>Procedimiento carta de control del método</i> • <i>Informe final de validación</i> 	Los tiempos y la oportunidad en el desarrollo de las actividades de la auditoría interna y evaluación por parte de la dirección.	Está pendiente el cierre y cumplimiento del 100% del objetivo con la entrega del informe de auditoría interna de la empresa.

6.2 Cumplimiento de los objetivos específicos

OBJETIVO ESPECÍFICO 1:	Documentar y estandarizar todos los métodos analíticos y los requisitos de calidad y técnicos para la acreditación de los parámetros de interés.	% de cumplimiento:	100%
RESULTADO OBTENIDO	PRODUCTO (si aplica)	ANEXO SOPORTE DEL DESARROLLO Y OBTENCIÓN DE RESULTADOS	OBSERVACIONES
Para llevar a cabo la estandarización y validación de los parámetros fisicoquímicos en calidad de aguas bajo la norma NTC ISO 17025/2005 fue necesario documentar todos los procesos tanto de gestión como los requisitos técnicos. En el presente informe (<i>numeral 9.1, Tabla 1.</i>), se detalla con lista de chequeo la documentación técnica y de calidad que actualmente se ha construido. La metodología empleada para el desarrollo de los métodos analíticos fue la soportada en el <i>Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 23rd Edition</i> y la guía ILAC (Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios).	<p>Documentación completa del SGC del Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S., bajo los lineamientos de la norma NTC ISO 17025-2005 “<i>Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración</i>”</p> <p><i>Documentos entregados:</i></p> <p>Los documentos construidos y entregados a la empresa se listan en la Tabla 1 (numeral 9.1 del presente informe).</p>	<p>Se entrega la documentación del SGC en una carpeta digital, la cual incluye una subcarpeta de <i>Requisitos Técnicos</i> donde se encuentran los procedimientos operativos para cada método de ensayo del alcance del proyecto, sus planes de validación e incertidumbre y el informe final de validación utilizando normas estándar. Además de los siguientes documentos:</p> <ul style="list-style-type: none"> • <i>Formato validación del método</i> • <i>Procedimiento carta de control del método</i> 	<i>El cumplimiento de este objetivo está acorde al cronograma de actividades.</i>

OBJETIVO ESPECÍFICO 2:	Adecuar y mejorar las instalaciones físicas para el proceso de acreditación.	% de cumplimiento:	100%
RESULTADO OBTENIDO	PRODUCTO (si aplica)	ANEXO SOPORTE DEL DESARROLLO Y OBTENCIÓN DE RESULTADOS	OBSERVACIONES
<p>A la fecha se han adecuado las siguientes zonas para darle cumplimiento a este objetivo:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Zona de análisis fisicoquímicos • Zona de análisis instrumental • Zona de limpieza lavado y disposición de residuos 	<p>Zonas acondicionadas y demarcadas de acuerdo a los requerimientos para la estandarización y validación de los métodos de alcance del proyecto.</p> <p>En el <i>numeral 9.2.</i> del presente informe se evidencia el registro fotográfico de estas adecuaciones.</p>	<p>Registro fotográfico de las adecuaciones locativas de la empresa (<i>ver numeral 9.2.</i>)</p>	<i>El cumplimiento de este objetivo está acorde al cronograma de actividades.</i>

<ul style="list-style-type: none"> Área de almacenamiento de reactivos, estándares y zona de pesaje <p>Para cumplir lo anterior, fue necesario realizar cerramientos con tejas plásticas en dos patios, además de cerramientos con separadores o divisores de áreas para aislar cada una de las áreas mencionadas.</p>			
---	--	--	--

OBJETIVO ESPECÍFICO 3:	Implementar el SAM o PAME para la mejora de los equipos y puesta a punto de los análisis de laboratorio a acreditar.	% de cumplimiento:	100%
RESULTADO OBTENIDO	PRODUCTO (si aplica)	ANEXO SOPORTE DEL DESARROLLO Y OBTENCIÓN DE RESULTADOS	OBSERVACIONES
Se diseñó y desarrolló un Plan de Aseguramiento Metrológico (SAM), para el montaje y estandarización de los métodos de análisis de calidad de aguas alcance del proyecto.	Se entrega un plan documentado para el aseguramiento metrológico de equipos.	<ul style="list-style-type: none"> <u>Plan de mantenimiento metrológico y certificados de calibración.</u> 	<i>El cumplimiento de este objetivo está acorde al cronograma de actividades.</i>

OBJETIVO ESPECÍFICO 4:	Validar los ensayos del alcance de acreditación (DBO ₅ , DQO, SST y GyA).	% de cumplimiento:	100%
RESULTADO OBTENIDO	PRODUCTO (si aplica)	ANEXO SOPORTE DEL DESARROLLO Y OBTENCIÓN DE RESULTADOS	OBSERVACIONES

<p>Siguiendo las metodologías de las guías de validación de métodos analíticos (Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater 23rd Edition y la guía ILAC) se desarrollaron los ensayos para la estandarización de los parámetros DBO₅, DQO, GyA y SST, los cuales se han realizado por verificación directa de las medidas siguiendo las técnicas descritas en los estándares. En resumen, la validación se realiza preparando muestras con concentraciones conocidas de DBO, DQO, GyA o SST según corresponda y verifican que la medida del analito de un valor igual o cercano a la medida de referencia, el método se repite y repite (por un mínimo de 10 veces) hasta alcanzar una variabilidad no mayor al 5%. Para cumplimiento de lo anterior se construyó el <i>Procedimiento para validación de la incertidumbre</i> y el <i>Plan de validación e incertidumbre</i> de cada método (DBO₅, DQO, GyA o SST).</p>	<p>Se hace entrega del Informe final de validación de cada parámetro DBO₅, DQO, GyA o SST.</p> <p><i>Documentos entregados:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • I-FV-06 Informe final validación DQO • I-FV-09 Informe final validación DBO • I-FV10 Informe final validación SST • I-FV-11 Informe final validación GyA 	<p>Se adjuntan como anexos al presente documento los informes finales de validación de cada método:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Anexo 1. I-FV-06 Informe final validación DQO • Anexo 2. I-FV-09 Informe final validación Dbo • Anexo 3. I-FV-10 Informe final validación sst • Anexo 4. I-FV-11 Informe final validación gYa 	<p><i>El cumplimiento de este objetivo está acorde al cronograma de actividades.</i></p>
--	--	--	--

7 Descripción de otros resultados obtenidos

OTROS RESULTADOS	INDICADOR DE CUMPLIMIENTO	DESCRIPCIÓN DEL RESULTADO OBTENIDO	ANEXO SOPORTE
<p>Mejoramiento de la calidad</p>	<p>1 (Sistema de gestión de calidad actualizado)</p>	<p>Actualización y puesta en marcha del Sistema de Gestión (puesto que la empresa ya contaba con uno) que permita ofrecer al cliente un servicio altamente confiable.</p> <p>Beneficiario: Clientes de los servicios de análisis que presta el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S.</p> <p>Grado de Cumplimiento: 100%.</p>	<p>Informe Respectivo. Se entrega el <i>Manual de Calidad</i> del sistema de gestión para la empresa ECOCHEMICAL S.A.S.</p>

<p>Nuevos mercados</p>	<p>1 (Informe acerca del plan de mercado del servicio que actualmente se ofrece a los clientes y posibles clientes de la empresa).</p>	<p>Prestar nuevos servicios a usuarios que según la normatividad establecida deberán solicitar periódicamente servicios de análisis a un ente acreditado.</p> <p>Beneficiario: empresa ECOCHEMICAL S.A.S.</p> <p>Grado de cumplimiento: 100%.</p>	<p>Se adjuntan cotizaciones de servicios prestados para empresas.</p>
-------------------------------	--	---	---

8 Resultados adicionales

DESCRPCIÓN DEL RESULTADO ADICIONAL	ANEXO SOPORTE
<p>Se estandariza e implementa otros métodos fisicoquímicos para el análisis de la calidad de aguas que tienen una alta demanda en el mercado, dichos parámetros son pH (S.M. 4500 H⁺ B) y conductividad (S.M. 2510 B).</p>	<p>Se hace entrega de los documentos de requisitos técnicos para la validación y estandarización validación de pH y conductividad.</p> <ul style="list-style-type: none"> • <i>Procedimiento de análisis fisicoquímico pH y Conductividad (P-RT-07 y P-RT-08)</i> • <i>Plan de validación e incertidumbre (P-VM-07 y P-VM-08)</i> • <i>Formato validación del método (F-VM-07 y F-VM-08)</i> • <i>Procedimiento carta de control del método (P-RT-07-01 y P-RT-08-01)</i> • <i>Informe final de validación (I-FV-07 y I-FV-08)</i>

9 Cumplimiento de la metodología

El desarrollo metodológico del proyecto se basó en las siguientes actividades:

9.1 Documentación técnica y de calidad

Gestión documental y recopilación de información: inicialmente se realizó una revisión bibliográfica y de información; además se diseñó, planificó y verificó los planes de capacitación teórico-práctica de los métodos de análisis correspondientes al personal vinculado al proyecto (teniendo en cuenta aspectos tales como: *implementación y culturización en fundamentos de sistemas de gestión de la calidad, buenas prácticas de laboratorio, bioseguridad, manejo de bases de datos, recopilación y análisis estadísticos de resultados, montaje y estandarización de métodos analíticos, toma, manipulación y preservación de muestras, control de calidad interno y trazabilidad del servicio, entre otros*), con el fin de suplir la necesidad de conocimientos y obtener las capacidades necesarias en el personal que exige el ente acreditador (ONAC, IDEAM o quien haga sus veces en una futura acreditación).

Documentación técnica y de validación de métodos de ensayo: se realizó un estudio de la situación actual del laboratorio (sección locativa, documentación, capacidad del personal, capacidad de planta o productiva del laboratorio, vidriería, reactivos, equipos, entre otros) que permitió conocer las falencias y los puntos críticos para el montaje, estandarización y validación de los métodos de ensayo. Luego se diseñaron los formatos y documentos necesarios para llevar a cabo dichas funciones y posteriormente se realizaron las validaciones por medio de retroalimentación y corrección de No conformidades. En cuanto al montaje y estandarización de los métodos de ensayo que cubren el alcance del proyecto para la determinación de calidad de aguas crudas y residuales (DQO, DBO₅, SST, GyA) se tendrán en cuenta los lineamientos del Stándar Methods for the examination of Water and Wastewater 23 edition. (Se adjuntan como anexos al presente documento los informes finales de validación de cada método).

A continuación, se presentan las listas de chequeo de los documentos requeridos en la estandarización y validación de los parámetros fisicoquímicos para el análisis de calidad de las aguas crudas y residuales:

Tabla 1. Documentación de calidad bajo NTC ISO 17025-2005

DOCUMENTOS RELACIONADOS CON LOS REQUISITOS DE GESTIÓN			
	DOCUMENTADO	SI	NO
	CONTROL DE DOCUMENTOS	X	
	CONTROL DE TRABAJOS DE ENSAYO NO CONFORMES	X	
	ACCIONES CORRECTIVAS Y PREVENTIVAS	X	
	MANEJO Y CONFIDENCIALIDAD DE LA INFORMACIÓN	X	
	CONTROL DE REGISTROS	X	
	AUDITORIAS INTERNAS	X	
	REVISIONES POR LA DIRECCIÓN	X	
	MANUAL DE FUNCIONES	X	
	MANUAL DE CALIDAD	X	
	NORMA FUNDAMENTAL	X	

Tabla 2. Documentación técnica bajo NTC ISO 17025-2005

DOCUMENTOS RELACIONADOS CON LOS REQUISITOS TÉCNICOS			
	DOCUMENTADO	SI	NO
	PERSONAL	X	
	EQUIPOS	X	
	MANIPULACIÓN DE OBJETOS DE ENSAYO	X	
	MUESTREO	X	
	INFORME DE RESULTADOS	X	
	PROCEDIMIENTOS DE ANÁLISIS	X	
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DE MÉTODOS	X	
	PROCEDIMIENTO CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO	X	

NOTA: Actualmente se lleva elaborado el 100% del total de la documentación del sistema de gestión de calidad para la acreditación de los parámetros fisicoquímicos en calidad de aguas. El soporte de dicha documentación se anexará en formato digital como *Informes*

finales de validación, dado que toda la documentación es de uso interno y no debe ser divulgada por la afectación del sistema de gestión de calidad desarrollado. La documentación completa se encuentra en copia impresa para el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOHEMICAL S.A.S. y en copia digital a cargo del ingeniero Jhon Fredy Cardona Ospina en calidad de Jefe de Laboratorio, esto con el fin de verificaciones y auditorias por parte del ente acreditador.

9.2 Adecuación de las instalaciones físicas

Con el fin de cumplir con los requerimientos exigidos por la norma técnica para realizar los análisis de calidad de aguas residuales y crudas evitando la contaminación cruzada de las muestras, las buenas prácticas de laboratorio y el buen almacenamiento de las mismas se llevaron a cabo las siguientes modificaciones locativas:



Figura 1. Zona de recepción de muestras.



Figura 2. Zona de análisis fisicoquímicos.



Figura 3. Zona de almacenamiento de muestras y reactivos; y cuarto de temperatura.



Figura 4. Zona de limpieza y disposición de residuos.



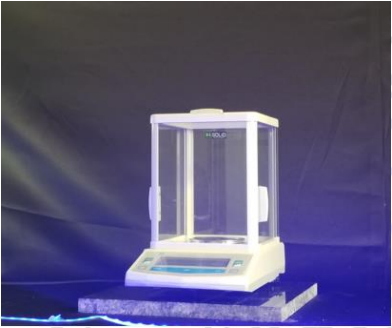

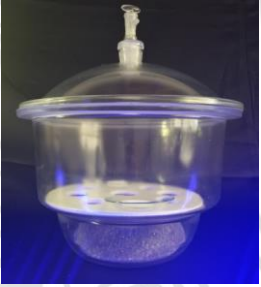

Figura 5. Zona de análisis instrumental y pesaje.

Con las cuales se evita la contaminación cruzada entre muestras y se dividen las áreas de recepción de muestras y laboratorio de aguas crudas y residuales. (Ver Anexo: *Planos de Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S.*)

9.3 Adquisición De Equipos, Materiales E Insumos

Compra de equipos, materiales e insumos: Se pudo adquirir los insumos necesarios enmarcados en materiales, equipos, consumibles, etc. Utilizados en el montaje, estandarización y validación de los parámetros de análisis fisicoquímicos para la determinación de la calidad de las aguas crudas y residuales, según los requerimientos de los entes acreditadores, así mismo se tuvo en cuenta la subcontratación de ensayos o pruebas de desempeño interlaboratorios requeridas por el proceso de acreditación (análisis de agua para dilución y de uso del laboratorio) con el fin de cumplir con los requisitos de los mismos. En la Tabla 3 se muestran los equipos y materiales comprados para el desarrollo del proyecto:

Tabla 3. Equipos y materiales comprados.

<p>Balanza analítica con certificado de calibración: necesaria para la validación de los métodos a acreditar</p> <p>Mesa antivibratoria: necesaria para evitar incertidumbres asociadas al proceso de pesaje</p>	
<p>Equipo de Extracción Soxhlet: necesario para el análisis de Grasas y Aceites en aguas.</p>	
<p>Desecador: utilizado en la prueba de sólidos y su validación.</p>	
<p>Filtros de polisulfona: Necesarios para el montaje de las pruebas de Sólidos y en la validación de dichos métodos.</p>	




Vidriería certificada: necesaria para la validación de los métodos a acreditar



Mantenimiento, calibración y puesta en marcha de equipos de uso propio: se llevó a cabo una planeación mediante el diseño de matrices de evaluación y revisión de equipos para el mantenimiento, calibración, ubicación y otras necesidades que se presenten para el montaje de los métodos analíticos de ensayo que cubren el alcance del proyecto. En la Tabla 4 se muestra los equipos con los cuales contaba ya el laboratorio:

Tabla 4. Mantenimiento de equipos adquiridos por recursos propios y otros proyectos.

<p>Medidor OD: necesario para llevar a cabo el análisis de Demanda Bioquímica de Oxígeno en aguas crudas y residuales.</p>	
<p>Plancha de Calentamiento con agitación magnética: necesaria para el análisis de DBO y DQO en aguas crudas y residuales.</p>	
<p>Espectrofotómetro HACH DR/4000V: necesario para realizar el análisis de Demanda Química de Oxígeno en aguas crudas y residuales.</p>	

<p>Bomba de vacío: necesaria para la determinación de sólidos en muestras de aguas crudas y residuales.</p>	
<p>Campana de extracción: necesaria para la manipulación de reactivos.</p>	
<p>Horno: necesario para todas las pruebas de ensayo de análisis fisicoquímico referente al contenido de sólidos.</p>	

9.4 Establecimiento y diseño de planes de mantenimiento metrológico

En el laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S. se diseñó, desarrolló e implementó un plan de mantenimiento metrológico (SAM o Sistema de Aseguramiento Metrológico) que permite controlar y garantizar el buen funcionamiento de los equipos del laboratorio, así mismo proteger la trazabilidad de los procesos buscando que la cadena productiva del laboratorio no se vea afectada. (Ver Anexo: Plan de mantenimiento metrológico y certificados de calibración) es el entregable o archivo verificable del cumplimiento del 100% de la actividad.

9.5 Validación de los métodos de análisis

La validación de los parámetros fisicoquímicos *DBO*, *DQO*, *GyA* y *SST* se realizó por verificación directa de las medias siguiendo las técnicas descritas en los estándares y guías de validación (*Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater 23rd Edition* y la guía *ILAC*). Se entregan como anexos los

Informes Finales de Validación y Estimación de la Incertidumbre de cada parámetro fisicoquímico que abarca *rango de trabajo, precisión y exactitud* del método, además de la *Declaración de Idoneidad del Método* por la cual se aprueba y libera el uso de los métodos en el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S. para la determinación de DBO, DQO, GYA Y SST en aguas crudas y residuales.

10 Proyección de los resultados obtenidos frente a los impactos registrados en la propuesta

TIPO DE IMPACTO	DESCRIPCIÓN DEL IMPACTO	PROYECCIÓN DEL IMPACTO
IMPACTOS SOBRE EL MEDIO AMBIENTE Y LA SOCIEDAD	<p>El desarrollo del proyecto tiene un impacto ambiental muy positivo, pues con la estandarización y validación de los parámetros de calidad de aguas (crudas y residuales) en el Laboratorio de la empresa ECOCHEMICAL S.A.S. y posible acreditación ante el ONAC, IDEAM o quien haga sus veces se pretende apoyar los planes de vigilancia y control que adelantan las administraciones gubernamentales locales (como por ejemplo el AMVA o CORANTIOQUIA), regionales y nacionales, dado que se respaldaran los planes integrales de desarrollo territorial y el manejo del recurso hídrico de forma sostenible y sustentable, de modo que el crecimiento vertiginoso de la población urbana y rural, y por ende el de la construcción no afecte las fuentes del recurso, por medio del diseño y control de planes de gestión encaminados a proteger las cuencas y cuerpos de agua que suministran el preciado recurso hídrico.</p>	<p>Se espera obtener a mediano o largo plazo la acreditación del ONAC, IDEAM o quien haga sus veces como laboratorio de análisis de calidad en matriz agua.</p> <p>Además, que la empresa cuente con personal formado en cuanto a la gestión ambiental, protección, vigilancia e inspección del recurso hídrico, apoyando alcaldías municipales y las entidades autónomas regionales.</p>
IMPACTOS EN CIENCIA Y TECNOLOGIA	<p>Este proyecto permitió estudiar, implementar y validar las mejores tecnologías y las condiciones óptimas para el análisis de aguas (crudas y residuales) a partir de la estandarización de los ensayos fisicoquímicos efectuados en el laboratorio utilizando la normatividad estándar de calidad NTC ISO 17025-2005 y <i>Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater 23rd Edition</i>.</p> <p>También permitió ampliar el portafolio de servicios que puede prestar la empresa ECOCHEMICAL S.A.S. a sus clientes.</p>	<p>Se fortalece a corto y mediano plazo la capacidad instalada del laboratorio.</p> <p>Se espera capacitar a personal idóneo que simpatice por implementar planes de mejoramiento en el laboratorio y manejo del agua en pro de generar una cultura proteccionista y vigilante del recurso hídrico.</p>
IMPACTO EN LA EDUCACIÓN	<p>El desarrollo de este proyecto hace un aporte muy significativo a la educación ya que integra conocimientos de diversas disciplinas de ciencia e ingeniería como: ingeniería química, sanitaria, ambiental, industrial e ingeniería de materiales que permite a los participantes integrar y articular diversos conocimientos impartidos en cada una de sus especialidades en un proceso de aprendizaje constructivista. Adicionalmente, las actividades que componen este proyecto fueron de particular interés para el pregrado en Ingeniería de Materiales del practicante y ejecutor del proyecto.</p> <p>La obtención de una futura acreditación del Laboratorio De Calidad De Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S. apoyará los procesos formativos de la comunidad académica de la Universidad de</p>	<p>Los servicios de extensión prestados por la empresa, desde el punto de vista de una futura acreditación genera un aporte educativo de alto grado para personas en formación de tecnologías y pregrados, debido a que ECOCHEMICAL S.A.S. pretende seguir integrando a estudiantes practicantes para que puedan desarrollar sus prácticas académicas en el laboratorio.</p>

	Antioquia como en este caso, que puede ser mediante prácticas académicas o interacciones empresa-academia como estrategias a mediano y corto plazo.	
--	---	--

11 Conclusiones

Actualmente, se encuentran validados y estandarizados los ensayos del laboratorio definidos en el alcance del proyecto para determinar la calidad de aguas crudas y residuales, esto con el fin de tener la documentación lista para una futura acreditación frente al ente encargado (ONAC, IDEAM o quien haga sus veces). Sin embargo, es necesario realizar una auditoría interna para el desarrollo del plan de acción hacia la solución de hallazgos y No conformidades.

Como conclusión final es satisfactorio alcanzar los objetivos propuestos, debido a que se genera un gran aporte no solo a la empresa ECOCHEMICAL S.A.S., sino también se deja implementada una línea que se crea y forma con el propósito primordial de prestar servicios de extensión en análisis de calidad de matriz agua, importantes para vigilar la calidad de vida de las personas y el cumplimiento de las responsabilidades de la industria en cuanto a sus vertimientos residuales líquidos.

12 Siglas y abreviaturas

ONAC: Organismo Nacional de Acreditación (COLOMBIA)

IDEAM: Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales

NTC: Norma Técnica Colombiana

ISO: Organización Internacional de Normalización o Estandarización.

SM: Standard Methods

SGC: Sistema de Gestión de la Calidad

Nota: por efectos de protección de la información sólo se adjuntarán como anexos a este informe presentado a la Universidad de Antioquia los INFORMES FINALES DE VALIDACIÓN de cada método.

13 Referencias bibliográficas

- [1] Recuperado de <http://www.ecochemical.com.co/nosotros/> Consultada el 03 de Marzo de 2020.
- [2] Recuperado de <http://www.wikipedia.org/wiki/Agua> Consultada el 03 de Marzo de 2020.
- [3] Asona S.A., Vidal A., Solar Energy, 68, 2000, 109-120
- [4] Recuperado de www.ideam.gov.co no. 01, 2015. Consultado el 03 de Marzo de 2020
- [5] Recuperado <https://onac.org.co/directorio-de-acreditados> Consultada el 03 de Marzo de 2020
- [6] Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, “D1-Res_631_Marz_2015.Pdf.” p. 62, 2015.

- [7] EATON Andrew D, CLESCERI Lenore S, RICE Eugene W, GREENBERG Arnold E. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21st Edition. USA. Ed. United Book Press, Inc. 5-Day BOD Test 5210 B. Pág. 5-2.
- [8] EATON Andrew D, CLESCERI Lenore S, RICE Eugene W, GREENBERG Arnold E. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21st Edition. USA. Ed. United Book Press, Inc. Closed Reflux, Colorimetric Method 5220 D. Pág. 5-18.
- [9] EATON Andrew D, CLESCERI Lenore S, RICE Eugene W, GREENBERG Arnold E. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21st Edition. USA. Ed. United Book Press, Inc. Soxhlet Extraction Method 5520 D. Pág. 5-40.
- [10] EATON Andrew D, CLESCERI Lenore S, RICE Eugene W, GREENBERG Arnold E. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd Edition. USA. Ed. United Book Press, Inc. Total Suspended Solids Dried al 103-105°C Pág. 2-66.

14 Anexos

Para soportar el trabajo realizado se adjuntan como Anexos los Informes Finales de Validación de cada uno de los parámetros fisicoquímicos (DQO, DBO₅, SST, GyA).

- Anexo 1. Informe Final de Validación DQO
- Anexo 2. Informe Final de Validación DBO₅
- Anexo 3. Informe Final de Validación SST
- Anexo 4. Informe Final de Validación GyA

Visto bueno del asesor interno y asesor externo

Como asesor conozco la propuesta y avalo el contenido de la misma.

Firma del asesor interno
Carmiña Gartner Vargas
Cédula: 42.072.392

Firma del asesor externo
Jhon Fredy Cardona Ospina
Cédula: 8.160.681