

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

**INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DBO<sub>5</sub>  
CÓDIGO IFV-01**

**CONTROL DE CAMBIO A VERSION**

<b>VERSIÓN</b>	<b>FECHA</b>	<b>DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO</b>
01	22/09/2020	Versión inicial

<b>FIRMA:</b>	<b>FIRMA:</b>	<b>FIRMA:</b>
<b>ELABORÓ:</b> Mauricio Londoño Figueroa	<b>REVISÓ:</b> Jhon Fredy Cardona	<b>APROBÓ:</b>
<b>FECHA:</b> 22/09/2020	<b>FECHA:</b>	<b>FECHA:</b>

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

## CONTENIDO

CONTENIDO .....	2
1. OBJETIVO .....	4
2. ALCANCE .....	4
3. MATERIALES.....	4
3.1. EQUIPOS Y VIDRIERÍA.....	4
3.2. REACTIVOS.....	4
4. INTRODUCCIÓN.....	5
5. SOFTWARE UTILIZADO .....	5
6. DESARROLLO DEL PLAN DE VALIDACIÓN .....	5
6.1. SELECTIVIDAD/ESPECIFICIDAD.....	5
6.2. EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL AGUA DE TRABAJO .....	5
6.3. PRECISIÓN.....	6
6.3.1. Repetibilidad .....	6
6.3.2. Precisión Intermedia.....	7
6.4. EXACTITUD.....	7
6.5. LÍMITE DE DETECCIÓN TEÓRICO DEL MÉTODO .....	7
6.6. LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO.....	8
6.6.1. Límite de cuantificación teórico .....	8
6.6.2. Límite de cuantificación Experimental.....	8
6.7. DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD INICIAL DEL ANALISTA .....	10
6.8. RANGO DE TRABAJO .....	10
7. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA CONCENTRACIÓN DE DBO <sub>5</sub> EN AGUA .....	10
7.1. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA PREPARACIÓN DEL ESTÁNDAR DE ÁCIDO GLUTÁMICO-GLUCOSA .....	10
7.1.1. Pureza del Ácido glutámico (P <sub>a.glut.</sub> ) .....	10
7.1.2. Linealidad de la balanza en la pesada del ácido glutámico (m <sub>a.glut.</sub> ).....	11
7.1.3. Pureza de glucosa (P <sub>glucosa</sub> ) .....	11
7.1.4. Linealidad de la balanza en la pesada de la glucosa .....	12
7.1.5. Estimación la incertidumbre del balón volumétrico en el cual se realiza la preparación del estándar ácido glutámico-glucosa (B).....	12
7.1.6. Incertidumbre debida a diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante del balón y la de trabajo (t <sub>t</sub> ).....	13
7.2. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA DILUCIÓN QUE SE REALIZA A LA MUESTRA ANTES DE SEMBRARLA.....	13
7.2.1. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de muestra para realizar la dilución previa tomado con pipeta de 10 mL boca ancha (V <sub>p</sub> ).....	13

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

7.2.2.	Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del balón volumétrico de 100 mL en el cual se realiza la dilución de la muestra. ....	14
7.2.3.	Incertidumbre debida a la diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante del balón volumétrico de 100 mL y la de trabajo ( $t_{tt}$ ) .....	14
7.3.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MEDICIÓN DE ALÍCUOTAS Y SIEMBRA DE MUESTRAS .....	15
7.3.1.	Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de muestra tomado para siembra con pipeta de 10 mL boca ancha ( $V_p$ ).....	15
7.3.2.	Estimación de la incertidumbre de la reproducibilidad de la concentración de DBO <sub>5</sub> en el agua de dilución utilizada para el análisis ( $A_{dilución}$ ) .....	15
7.3.3.	Estimación de la incertidumbre correspondiente al volumen de las botellas winkler .....	17
7.4.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE OXÍGENO DISUELTO INICIAL .....	17
7.4.1.	Repetibilidad de la medición de oxígeno disuelto inicial.....	17
7.4.2.	Estimación de la incertidumbre de la temperatura medida con el oxímetro de luminiscencia al realizar la medición de oxígeno disuelto inicial.....	18
7.5.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA VARIACIÓN DE TEMPERATURA DE INCUBACIÓN .....	19
7.5.1.	Estimación de la incertidumbre de la temperatura de la incubadora.....	19
7.6.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DEL OXÍGENO DISUELTO FINAL .....	19
7.6.1.	Repetibilidad de la Medición de oxígeno disuelto final ( $O_{final}$ ) .....	19
7.6.2.	Estimación de la incertidumbre de la temperatura medida con el oxímetro de luminiscencia al realizar la medición de oxígeno disuelto final.....	20
7.7.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL PROCESO DE ANÁLISIS DE DBO <sub>5</sub> REALIZADO POR EL ANALISTA.....	21
7.7.1.	Repetibilidad de las mediciones de DBO <sub>5</sub> realizadas por el analista (A) .....	21
8.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE DBO <sub>5</sub> EN AGUA.....	21
8.1.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE RELATIVA COMBINADA .....	21
8.2.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA.....	22
9.	DECLARACIÓN DE IDONEIDAD DEL MÉTODO.....	24
10.	ANEXOS.....	24

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

### 1. OBJETIVO

Presentar los resultados e informe final de la validación y estimación de la incertidumbre de la metodología para la determinación de DBO<sub>5</sub> Total en el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S.

### 2. ALCANCE

Este documento aplica a la determinación de DBO<sub>5</sub> Total en aguas crudas y residuales, utilizando el método Test DBO 5 días 5210 B. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 rd Edition (2017). Pág. 5-6.

### 3. MATERIALES

#### 3.1. EQUIPOS Y VIDRIERÍA

- Balanza analítica (EL-17)
- Incubadora DBO (EL-14)
- Oxímetro con electrodo de luminiscencia (EL-15)
- Frascos winkler con capacidad de 300 mL.
- Pipetas volumétricas
- Pipeteador
- Agitador Magnético

#### 3.2. REACTIVOS

- Solución Tampón de Fosfato
- Solución Sulfato de Magnesio
- Solución Cloruro Férrico
- Solución Cloruro de Calcio
- Solución Glucosa
- Ácido Glutámico
- Solución básica o acida 1.0N
- Solución Sulfito de sodio
- Agua desionizada.
- Patrón primario de glucosa
- Patrón primario de ácido glutámico
- Semilla de DBO

Ajuste la balanza de acuerdo a lo establecido en las instrucciones de uso del equipo.

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

#### **4. INTRODUCCIÓN**

Con el objetivo de validar y estimar la incertidumbre del método analítico PT7-03 DBO<sub>5</sub> "Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO<sub>5</sub>), Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 Rd Edition 5210 B" se describe en este informe una serie de evaluaciones aplicadas a los parámetros de fiabilidad delineados en el plan de validación PVI-01.

#### **5. SOFTWARE UTILIZADO**

Microsoft Excel 2016

#### **6. DESARROLLO DEL PLAN DE VALIDACIÓN**

##### **6.1. SELECTIVIDAD/ESPECIFICIDAD**

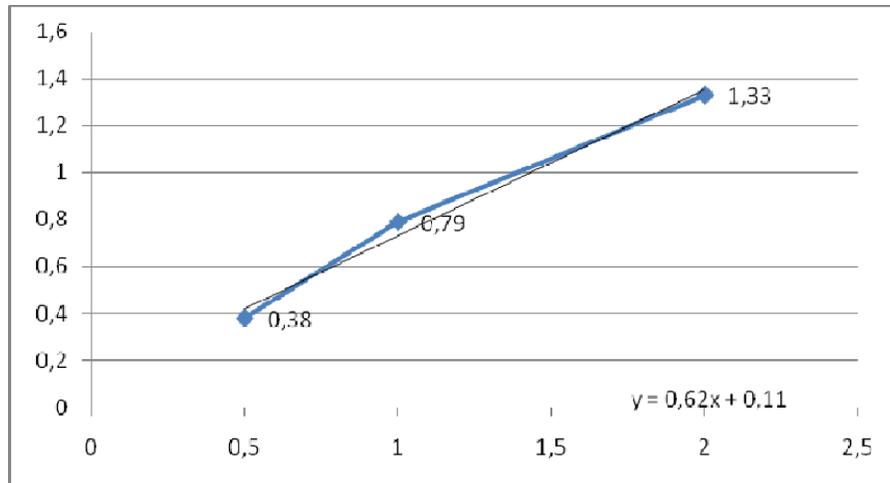
De acuerdo a la bibliografía, muchos factores afectan el resultado de la DBO, entre ellos la relación de materia orgánica soluble, la materia orgánica suspendida, los sólidos sedimentables, los flotantes, la presencia de hierro en su forma oxidada o reducida, la presencia de aguas azufradas y las aguas no homogéneas. No existe hasta el momento manera de corregir los errores que estos factores pueden producir en el resultado final.

##### **6.2. EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL AGUA DE TRABAJO**

Al evaluar la calidad del agua de trabajo con la que se cuenta en el Laboratorio de calidad de Aguas - ECOCHEMICAL S.A.S., se verificó que el agua desionizada usada para el análisis cumple los parámetros establecidos en el método 5210 B Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd Edition (2017), ya que se obtuvo un consumo de oxígeno disuelto promedio de 0,16 mg/L, y el criterio establecido por el método normalizado SM 5210 B indica no exceder un consumo en el agua de dilución de 0,2 mg/L.

Para verificar si este comportamiento del agua de dilución con la adición de la semilla se conserva, se construyó el siguiente gráfico donde se puede observar la DBO<sub>5</sub> del agua en el intercepto, donde el volumen de semilla se hace cero. El eje X corresponde a los mL de semilla usados, y el eje Y corresponde al consumo de O<sub>2</sub> para cada volumen analizado.

	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020



Cuando hacemos  $x=0$ ,  $y= 0,11$ ; lo cual corresponde al consumo de oxígeno disuelto (es decir la concentración de DBO<sub>5</sub>) del agua desionizada.

Según los resultados obtenidos en la Tabla 3 del registro de cálculos y resultados de la validación, el agua de dilución (agua desionizada+semilla) utilizada para el análisis de las muestras presenta una concentración de 0,93 mg/L de DBO<sub>5</sub>; lo cual también cumple los criterios establecidos en el método 5210 B Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 223d Edition (2017); pues éste indica que el consumo del agua de dilución debe encontrarse en el rango entre 0,6 y 1,0 mg/L.

### 6.3. PRECISIÓN

Para determinar la precisión del método, se verificó que tanto la repetibilidad como la precisión intermedia calculadas cumplan los criterios de aceptación.

#### 6.3.1. Repetibilidad

Con los datos obtenidos en la tabla 2 se calculó los % de los coeficientes de variación en cada rango.

Concentración teórica del patrón (ppm)	% CV obtenido	Criterio de aceptación (%CV)
19,8	2,37	< 7
198	2,19	< 5
1980	1,41	< 2

%CV= Coeficiente de variación

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

### 6.3.2. Precisión Intermedia

Con los datos obtenidos en la tabla 3 se calculó los % de los coeficientes de variación en cada rango. Estas pruebas fueron realizadas por el analista titular del método.

Concentración teórica del patrón (ppm)	% CV obtenido Analista titular	Criterio de Aceptación (%CV)	% RPD obtenido Analista titular	Criterio de aceptación (%RPD)
19,8	2,31	< 10	1,6	< 10
198	3,23	< 10	3,2	< 10
1980	2,35	< 7	2,5	< 10

Se define que el método DBO<sub>5</sub> test de 5 días (con electrodo de luminiscencia) utilizado en el Laboratorio de Calidad de Aguas - ECOCHEMICAL S.A.S. es preciso, ya que los resultados obtenidos para la repetibilidad y para la precisión intermedia cumplen los criterios de aceptación establecidos.

### 6.4. EXACTITUD

Para determinar la exactitud del método, con los datos obtenidos en la tabla 2 se verificó que el método cumpliera el criterio de aceptación establecido para el % de error.

Valor teórico o verdadero (ppm)	Valor promedio experimental de las muestras (ppm)	% Error experimental	Criterio de aceptación (%error)
19,8	18,2	8,30	< 15
198	186,3	5,90	< 15
1980	1897,8	4,15	< 15

Se define que el método test DBO 5 días (con electrodo de luminiscencia) utilizado en el Laboratorio de Calidad de Aguas - ECOCHEMICAL S.A.S. es exacto.

### 6.5. LÍMITE DE DETECCIÓN TEÓRICO DEL MÉTODO

Teniendo en cuenta que el límite de detección del método depende en gran parte de la calidad del agua utilizada para la dilución de las muestras, y según los resultados obtenidos en la tabla 3, se define calcular el límite de detección del método utilizando el dato de concentración más alta que presentó el agua de dilución durante los diferentes días de la validación; este

 <b>ECOCHEMICAL</b> S.A.S	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

corresponde a la concentración determinada para el blanco el día 18 de agosto de 2020 (1,02 mg/L), y la desviación estándar determinada por las mediciones durante 8 días diferentes.

$LDM = (3 * \text{desv. estándar}) + \text{concentración del blanco}$

$LDM = (3 * 0,06) + 1,02$

**$LDM = 1,20 \text{ mg/L}$**

## 6.6. LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

### 6.6.1. Límite de cuantificación teórico

$LQM = 3 * LDM$

Donde:

LQM = Límite de cuantificación del método

LDM = Límite de detección del método (calculado en el numeral 6.5.)

$LQM = 3 * 1,20$

**$LQM = 3,60 \text{ mg/L}$**

### 6.6.2. Límite de cuantificación Experimental

Para la determinación del límite de cuantificación experimental, se preparó 10 patrones de 3 mg/L, se realizó tratamiento estadístico de datos y se calculó los criterios de fiabilidad.

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

No.	Volúmen de muestra (mL)	OD inicial (mg/L)	Temperatura OD inicial (° C)	OD final (mg/L)	Temperatura OD final (° C)	DB05 (mg/L)
B.A.D + N 1	300	7,51	21,5	7,1	21,1	0,39
B.A.D + N 2	300	7,55	21,4	7,19	20,3	
B.A.D 1 + N + S	300 1ml/1L	7,55	21,1	6,64	20,2	0,96
B.A.D 2 + N + S	300 1ml/1L	7,56	21	6,56	20,1	
1	100	7,38	21,6	4,88	19,8	3,09
2	100	7,52	21,3	4,88	19,9	3,37
3	100	7,46	21,4	4,76	19,8	3,49
4	100	7,43	21,6	4,84	19,7	3,27
5	100	7,37	21,6	4,88	19,5	3,07
6	100	7,34	22	4,93	19,7	2,91
7	100	7,34	22	4,86	19,6	3,05
8	100	7,33	21,9	4,9	19,7	2,95
9	100	7,33	21,9	4,9	19,7	2,95
10	100	7,34	21,9	4,85	19,8	3,07
<b>PROMEDIO</b>						3,12
<b>DESVIACIÓN ESTÁNDAR</b>						0,19
<b>% RECUPERACIÓN</b>						104
<b>% RSD</b>						6,18
<b>% ERROR</b>						4,07

Según los resultados, se puede determinar como límite de cuantificación experimental para la determinación de DBO<sub>5</sub> Total 3 mg/L, ya que cumple todos los criterios de aceptación establecidos:

Atributo	Valor obtenido	Criterio de aceptación
Recuperación (%)	104	90 - 110
RSD (%)	6,18	≤ 20
Error (%)	4,07	≤ 10

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

## 6.7. DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD INICIAL DEL ANALISTA

Luego de realizar las actividades indicadas en el numeral 6.6 del Plan de validación del método de DBO<sub>5</sub> Total, se obtuvo los siguientes resultados:

Concentración	Atributo	Analista Titular	Criterio de aceptación
Blanco	Concentración promedio (mg/L)	0,93	≤ 1,5
19,8 ppm	Recuperación (%)	91,7	80 - 120
	RSD (%)	2,31	≤ 20
1980 ppm	Recuperación (%)	95,8	80 - 120
	RSD (%)	2,35	≤ 20

Dado el cumplimiento de los criterios de aceptación establecidos, se define que el analista titular de la determinación de DBO<sub>5</sub> posee la capacidad requerida para la realización de dicho análisis.

## 6.8. RANGO DE TRABAJO

El método es aplicable en un rango de trabajo de 3,0 mg/L a 14000 mg/L. El límite inferior corresponde al límite de cuantificación del método; y el límite superior corresponde a la concentración calculada con un consumo de oxígeno de 5 mg/L y un volumen de muestra de 0,1 mL.

## 7. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA CONCENTRACIÓN DE DBO<sub>5</sub> EN AGUA

### 7.1. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA PREPARACIÓN DEL ESTÁNDAR DE ÁCIDO GLUTÁMICO-GLUCOSA

#### 7.1.1. Pureza del Ácido glutámico (P<sub>a.glut.</sub>)

% pureza del ácido glutámico: 98%.

La incertidumbre estándar para esta medida es:

$$u_{a.glut.} = \frac{0,2}{\sqrt{3}} = 0,115\%$$

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

La incertidumbre relativa para la pureza del ácido glutámico es:

$$U_{\text{pureza a. glutámico (ua.glutam/ma.glutam.)}} = 0,115 \% / 99,8 \% = 1,157 \times 10^{-3} \quad (7.1.1.)$$

### 7.1.2. Linealidad de la balanza en la pesada del ácido glutámico ( $m_{a. glut}$ )

La incertidumbre de la linealidad de la balanza en el intervalo de trabajo está dada por:

$$U = 1,5 \times 10^{-4} + 1,0 \times 10^{-6} m \quad m = \text{masa medida en gramos}$$

Estimación de la incertidumbre expandida para el peso del ácido glutámico a 0,150 g para la preparación del estándar de control es:

$$U_L(\text{peso a.g.}) = 1,502 \times 10^{-4}$$

El factor de cobertura  $K = 2$  por tanto la incertidumbre estándar está dada por:

$$U_L(\text{peso a.g.}) = U_L(\text{peso a.g.}) / 2 = 7,507 \times 10^{-5} \text{ g}$$

La incertidumbre relativa para la linealidad de la medida del peso del ácido glutámico a 0,150 g para la preparación del estándar de control es:

$$u_{(\text{peso a.g./peso a.g.})} = 7,507 \times 10^{-5} \text{ g} / 0,150 \text{ g} = 5,007 \times 10^{-4} \quad (7.1.2.)$$

### 7.1.1. Pureza de glucosa ( $P_{\text{glucosa}}$ )

% pureza de glucosa: 99%

La incertidumbre estándar para esta medida es:

$$u_{\text{glucosa}} = \frac{1,0}{\sqrt{3}} = 0,577\%$$

La incertidumbre relativa para la pureza de la glucosa es:

$$U_{\text{pureza glucosa (uglucosa/mglucosa)}} = 0,577 \% / 99 \% = 5,832 \times 10^{-3} \quad (7.1.3.)$$

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

### 7.1.2. Linealidad de la balanza en la pesada de la glucosa

La incertidumbre de la linealidad de la balanza en el intervalo de trabajo está dada por:

$$U = 1,5 \times 10^{-4} + 1,0 \times 10^{-6} m \quad m = \text{masa medida en gramos}$$

Estimación de la incertidumbre expandida para el peso del ácido glutámico a 0,150 g para la preparación del estándar de control es:

$$U_{L(\text{peso a.g.})} = 1,502 \times 10^{-4}$$

El factor de cobertura  $K = 2$  por tanto la incertidumbre estándar está dada por:

$$u_{L(\text{peso a.g.})} = U_{L(\text{peso a.g.})} / 2 = 7,507 \times 10^{-5} g$$

La incertidumbre relativa para la linealidad de la medida del peso de la glucosa a 0,150 g para la preparación del estándar de control es:

$$u_{(u\text{peso a.g./peso a.g.})} = 7,507 \times 10^{-5} g / 0,150 g = 5,007 \times 10^{-4} \quad (7.1.4.)$$

### 7.1.3. Estimación la incertidumbre del balón volumétrico en el cual se realiza la preparación del estándar ácido glutámico-glucosa (B).

La tolerancia del balón volumétrico de 1000 mL es de 0,4 mL y se asume una distribución rectangular.

La incertidumbre estándar para el volumen de la probeta de 1000 mL es:

$$u_{\text{balón}} = \frac{0,4}{\sqrt{3}} = 0,230 \text{ mL}$$

La incertidumbre relativa para el volumen del patrón de ácido glutámico-glucosa medido con balón volumétrico de 1000 mL es:

$$u_r (u_{V\text{balón}}/V_{\text{balón}}) = 0,230 \text{ mL} / 1000 \text{ mL} = 2,309 \times 10^{-4} \quad (7.1.5.)$$

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

#### 7.1.4. Incertidumbre debida a diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante del balón y la de trabajo ( $t_t$ ).

La temperatura reportada en la especificación del balón volumétrico de 1000 mL es de 20°C y la temperatura en el laboratorio en promedio es de 23°C.

El coeficiente de volumen de expansión del agua es  $2,1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Por lo tanto, la incertidumbre estándar debida a la diferencia de temperatura  $u_T$  es:

$$u_t = \frac{20 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 7,275 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

La incertidumbre relativa para la diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante del material de vidrio y la de trabajo, es:

$$u_t (u_t/t) = 7,275 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C} / 23 \text{ } ^\circ\text{C} = 3,163 \times 10^{-4} \quad (7.1.6.)$$

## 7.2. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA DILUCIÓN QUE SE REALIZA A LA MUESTRA ANTES DE SEMBRARLA

### 7.2.1. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de muestra para realizar la dilución previa tomado con pipeta de 10 mL boca ancha ( $V_p$ )

Luego de realizar la verificación del volumen de las pipetas de 10 mL, se obtuvo los siguientes resultados:

	Promedio (mL)	Desviación estándar (mL)	Incertidumbre Estándar (mL)	Incertidumbre Relativa
PIPETA 1- DIA 1	9,8026	0,0294	9,30E-03	9,49E-04
PIPETA 1- DIA 2	9,8430	0,0257	8,13E-03	8,26E-04
PIPETA 1- DIA 3	9,8380	0,0221	7,00E-03	7,12E-04
PIPETA 2- DIA 1	9,9668	0,0353	1,12E-02	1,12E-03
PIPETA 2- DIA 2	9,9430	0,0357	1,13E-02	1,14E-03
PIPETA 2- DIA 3	9,9371	0,0320	1,01E-02	1,02E-03

	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

Para la estimación de la incertidumbre de la medición del volumen de la pipeta de 10 mL, se tendrá en cuenta la mayor incertidumbre relativa obtenida durante todas las mediciones realizadas por el analista titular y el analista suplente.

$$u_{(uV/V)} = 1,14 \times 10^{-3} \quad (7.2.1.)$$

### 7.2.2. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del balón volumétrico de 100 mL en el cual se realiza la dilución de la muestra.

Luego de realizar la verificación del volumen de los balones de 100 mL, se obtuvo los siguientes resultados:

	Promedio (mL)	Desviación estándar (mL)	Incertidumbre Estándar (mL)	Incertidumbre Relativa
<b>BALÓN 1- DIA 1</b>	99,3847	0,0102	3,23E-03	3,25E-05
<b>BALÓN 1- DIA 2</b>	99,4192	0,0501	1,59E-02	1,59E-04
<b>BALÓN 1- DIA 3</b>	99,4428	0,1075	3,40E-02	3,42E-04
<b>BALÓN 2- DIA 1</b>	99,7320	0,0089	2,81E-03	2,82E-05
<b>BALÓN 2- DIA 2</b>	99,7327	0,0140	4,43E-03	4,44E-05
<b>BALÓN 2- DIA 3</b>	99,8221	0,2846	9,00E-02	9,02E-04

Para la estimación de la incertidumbre de la medición del volumen del balón de 100 mL, se tendrá en cuenta la mayor incertidumbre relativa obtenida durante todas las mediciones realizadas por el analista titular y el analista suplente.

$$u_{(uV/V)} = 9,02 \times 10^{-4} \quad (7.2.2.)$$

### 7.2.3. Incertidumbre debida a la diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante del balón volumétrico de 100 mL y la de trabajo ( $t_t$ )

La temperatura reportada en la especificación del balón volumétrico de 100 mL es de 20°C y la temperatura en el laboratorio en promedio es de 23°C.

El coeficiente de volumen de expansión del agua es  $2,1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Por lo tanto, la incertidumbre estándar debida a la diferencia de temperatura  $u_T$  es:

	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

$$u_t = \frac{20 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 7,275 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

La incertidumbre relativa para la diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante del material de vidrio y la de trabajo, es:

$$u_{(uV/V)} = 7,275 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C} / 23 \text{ } ^\circ\text{C} = 3,163 \times 10^{-4} \quad (7.2.3.)$$

### 7.3. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MEDICIÓN DE ALÍCUOTAS Y SIEMBRA DE MUESTRAS

#### 7.3.1. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de muestra tomado para siembra con pipeta de 10 mL boca ancha (V<sub>p</sub>)

Luego de realizar la verificación del volumen de las pipetas de 10 mL, se obtuvo los siguientes resultados:

	Promedio (mL)	Desviación estándar (mL)	Incertidumbre Estándar (mL)	Incertidumbre Relativa
PIPETA 1- DIA 1	9,8026	0,0294	9,30E-03	9,49E-04
PIPETA 1- DIA 2	9,8430	0,0257	8,13E-03	8,26E-04
PIPETA 1- DIA 3	9,8380	0,0221	7,00E-03	7,12E-04
PIPETA 2- DIA 1	9,9668	0,0353	1,12E-02	1,12E-03
PIPETA 2- DIA 2	9,9430	0,0357	1,13E-02	1,14E-03
PIPETA 2- DIA 3	9,9371	0,0320	1,01E-02	1,02E-03

Para la estimación de la incertidumbre de la medición del volumen de la pipeta de 10 mL, se tendrá en cuenta la mayor incertidumbre relativa obtenida durante todas las mediciones realizadas por el analista titular y el analista suplente.

$$u_{(uV/V)} = 1,14 \times 10^{-3} \quad (7.3.1.)$$

#### 7.3.2. Estimación de la incertidumbre de la reproducibilidad de la concentración de DBO<sub>5</sub> en el agua de dilución utilizada para el análisis (A<sub>dilución</sub>)

	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>		<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>		<b>VERSIÓN</b> 01
			<b>FECHA</b> 22/09/2020

Para la estimación de la incertidumbre aportada por la concentración del agua de dilución que se utiliza para el análisis, se midió la precisión de ésta en condiciones de reproducibilidad, y se obtuvo los siguientes resultados:

Datos correspondientes a B.A.D + N + S (Blanco de agua desionizada + nutrientes + semilla)								
Fecha	Día	Volúmen de semilla (mL)	OD inicial (mg/L)	Temperatura OD inicial (°C)	OD final (mg/L)	Temperatura OD final (°C)	DBO <sub>5</sub> (mg/L)	Promedio DBO <sub>5</sub>
2020-07-11	1	2 ml/1L	7,6	20,1	6,67	20,8	0,93	0,91
		2 ml/1L	7,51	20	6,63	20,7	0,88	
2020-07-13	2	2 ml/1L	7,46	19,9	6,55	20,8	0,91	0,92
		2 ml/1L	7,43	19,9	6,5	20,9	0,93	
2020-07-14	3	2 ml/1L	7,42	20	6,53	20,5	0,89	0,89
		2 ml/1L	7,41	20,3	6,52	20,4	0,89	
2020-07-15	4	2 ml/1L	7,56	20,2	6,69	20,6	0,87	0,87
		2 ml/1L	7,54	19,8	6,67	20,9	0,87	
2020-07-16	5	2 ml/1L	7,45	20	6,43	20,7	1,02	1,02
		2 ml/1L	7,45	21,1	6,43	20,6	1,02	
2020-07-17	6	2 ml/1L	7,45	21,2	6,44	20,7	1,01	1,01
		2 ml/1L	7,46	21,1	6,45	20,8	1,01	
2020-07-18	7	2 ml/1L	7,55	20,9	6,57	20,4	0,98	0,98
		2 ml/1L	7,52	20,8	6,54	20,5	0,98	
2020-07-20	8	2 ml/1L	7,53	20,2	6,65	20,3	0,88	0,88
		2 ml/1L	7,53	20,1	6,65	20,4	0,88	
<b>PROMEDIO</b>								<b>0,93</b>
<b>DESVIACIÓN ESTÁNDAR</b>								<b>0,09</b>

Para un promedio de 0,93 mg/L y una desviación estándar s de 0,09 mg/L, la incertidumbre estándar para esta medida es de:

$$u_{r,agua} = \frac{0,09}{\sqrt{10}} = 0,0285 \frac{mg}{L}$$

La incertidumbre relativa para la reproducibilidad de la concentración de DBO<sub>5</sub> en el blanco (agua de dilución) utilizado para el análisis es

$$u_r (u_{agua+semilla}/agua+semilla) = 0,0285 \text{ mg/L} / 0,93 \text{ mg/L} = 0,0306 \quad (7.3.2.)$$

 <b>ECOCHEMICAL</b> S.A.S	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

### 7.3.3. Estimación de la incertidumbre correspondiente al volumen de las botellas winkler

Para determinar la incertidumbre correspondiente al volumen de las botellas winkler, se siguió las instrucciones del numeral 7.2.3(c) del Plan de validación PVI-01; los resultados se presentan a continuación:

	Promedio (mL)	Desviación estándar (mL)	Incertidumbre Estándar (mL)	Incertidumbre Relativa
<b>WINKLER- DIA 1</b>	304,8148	9,4495	2,99E+00	9,80E-03
<b>WINKLER- DIA 2</b>	303,5482	1,8867	5,97E-01	1,97E-03
<b>WINKLER- DIA 3</b>	302,2866	2,3842	7,54E-01	2,49E-03
<b>WINKLER- DIA 1</b>	302,7155	3,3131	1,05E+00	3,46E-03
<b>WINKLER- DIA 2</b>	304,1915	1,7275	5,46E-01	1,80E-03
<b>WINKLER- DIA 3</b>	302,7055	2,8291	8,95E-01	2,96E-03

Para la estimación de la incertidumbre de la medición del volumen de las botellas winkler de 300 mL, se tendrá en cuenta la mayor incertidumbre relativa obtenida durante todas las mediciones realizadas por el analista titular y el analista suplente.

$$u_{(uV/V)} = 9,80 \times 10^{-3} \quad (7.3.1.)$$

## 7.4. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE OXÍGENO DISUELTO INICIAL

### 7.4.1. Repetibilidad de la medición de oxígeno disuelto inicial.

Para la estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la medición de oxígeno disuelto inicial, se realizaron 10 mediciones de oxígeno disuelto inicial a un patrón de 198 mg/L y se calculó el promedio y la desviación estándar. Los resultados obtenidos se presentan a continuación:

 <b>ECOCHEMICAL</b> S.A.S	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

Medición	OD inicial
1	7,55
2	7,55
3	7,54
4	7,54
5	7,53
6	7,52
7	7,52
8	7,52
9	7,51
10	7,51
<b>PROMEDIO</b>	7,53
<b>DESVIACIÓN ESTÁNDAR</b>	0,0152

Para un promedio de oxígeno disuelto inicial 7,53 mg/L y una desviación estándar  $s$  de 0,0152 mg/L la incertidumbre estándar para esta medida es de:

$$u_{OD\ inicial} = \frac{0,0152}{\sqrt{10}} = 4,8067 \times 10^{-3} \frac{mg}{L}$$

La incertidumbre relativa para la repetibilidad de la medida de la concentración de oxígeno disuelto inicial es:

$$U_r (u_{O.D. inicial}/O.D. inicial) = 4,8067 \times 10^{-3} \text{ mg/L} / 7,53 \text{ mg/L} = 6,383 \times 10^{-4} \quad (7.4.1.)$$

#### 7.4.2. Estimación de la incertidumbre de la temperatura medida con el oxímetro de luminiscencia al realizar la medición de oxígeno disuelto inicial

La incertidumbre del termómetro del oxímetro con electrodo de luminiscencia está dada por:

$$U_{(temp. oxim)} = 0,7 \text{ } ^\circ\text{C}$$

El factor de cobertura  $K = 2$  por tanto la incertidumbre estándar está dada por:

 <b>ECOCHEMICAL</b> S.A.S	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

$$u_{temp.oxim} = \frac{0,7}{2} = 0,35 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

La temperatura de medición de oxígeno disuelto inicial para las muestras es de 21 °C; por lo tanto la incertidumbre relativa está dada por:

$$u_{(temp. oxim/temp. oxim.)} = 0,35 \text{ }^{\circ}\text{C} / 21 \text{ }^{\circ}\text{C} = 1,667 \times 10^{-2} \quad (7.4.3.)$$

## 7.5. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA VARIACIÓN DE TEMPERATURA DE INCUBACIÓN

### 7.5.1. Estimación de la incertidumbre de la temperatura de la incubadora

La incertidumbre del termómetro de la incubadora (OEF-14) a la temperatura de 20 °C es:

$$U_{(incub)} = 0,43 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

El factor de cobertura  $K = 2$  por tanto la incertidumbre estándar está dada por:

$$u_{(incub)} = 0,43/2 = 0,215 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

La incertidumbre relativa para la temperatura de la incubación de las muestras

$$u_{(uincub/incub)} = 0,215 \text{ }^{\circ}\text{C} / 20 \text{ }^{\circ}\text{C} = 0,01075 \quad (7.5.1.)$$

## 7.6. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DEL OXÍGENO DISUELTO FINAL

### 7.6.1. Repetibilidad de la Medición de oxígeno disuelto final ( $O_{final}$ )

Para la estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la medición de oxígeno disuelto final, se realizó 10 mediciones de oxígeno disuelto final para una muestra y se calculó el promedio y la desviación estándar. Los resultados obtenidos se presentan a continuación:

 <b>ECOCHEMICAL</b> S.A.S	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

<b>Repetibilidad en la medición de oxígeno disuelto</b>	
<b>Medición</b>	<b>OD final</b>
<b>1</b>	4,48
<b>2</b>	4,48
<b>3</b>	4,48
<b>4</b>	4,46
<b>5</b>	4,46
<b>6</b>	4,45
<b>7</b>	4,44
<b>8</b>	4,44
<b>9</b>	4,43
<b>10</b>	4,41
<b>PROMEDIO</b>	<b>4,45</b>
<b>DESVIACIÓN ESTÁNDAR</b>	<b>0,0236</b>

Para un promedio de oxígeno disuelto final de 4,45 mg/L y una desviación estándar  $s$  de 0,0236 mg/L, la incertidumbre estándar para esta medida es de:

$$u_{OD\ final} = \frac{0,0236}{\sqrt{10}} = 7,46 \times 10^{-3} \frac{mg}{L}$$

La incertidumbre relativa para la repetibilidad de la medida de la concentración de oxígeno disuelto final es:

$$u_r (u_{O.D.\ final}/O.D.\ final) = 7,46 \times 10^{-3} \text{ mg/L} / 4,45 \text{ mg/L} = 1,6771 \times 10^{-3} \quad (7.6.1.)$$

### 7.6.2. Estimación de la incertidumbre de la temperatura medida con el oxímetro de luminiscencia al realizar la medición de oxígeno disuelto final.

La incertidumbre del termómetro del oxímetro con electrodo de luminiscencia está dada por:

$$U_{(temp.\ oxim)} = 0,7 \text{ } ^\circ\text{C}$$

El factor de cobertura  $K = 2$  por tanto la incertidumbre estándar está dada por:

	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

$$u_{temp.oxim} = \frac{0,7}{2} = 0,35 \text{ } ^\circ\text{C}$$

La temperatura de medición de oxígeno disuelto inicial para las muestras es de 21 °C; por lo tanto, la incertidumbre relativa está dada por:

$$u_{(temp. oxim/temp. oxim.)} = 0,35 \text{ } ^\circ\text{C} / 21 \text{ } ^\circ\text{C} = 1,667 \times 10^{-2} \quad (7.6.2.)$$

## 7.7. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL PROCESO DE ANÁLISIS DE DBO<sub>5</sub> REALIZADO POR EL ANALISTA

### 7.7.1. Repetibilidad de las mediciones de DBO<sub>5</sub> realizadas por el analista (A)

Luego de realizar la validación del método Test 5 días con electrodo de luminiscencia para la determinación de DBO<sub>5</sub>, se obtuvo las siguientes desviaciones estándar de las mediciones realizadas por el analista a diferentes rangos de concentración, para 16 datos:

Concentración nominal del patrón (ppm)	Concentración experimental del patrón (ppm)	Desviación estándar (ppm)	Incertidumbre estándar (ppm)	Incertidumbre relativa
19,8	18,2	0,42	0,105	5,769 x 10 <sup>-3</sup>
198	186,3	6,0	1,5	8,052 x 10 <sup>-3</sup>
1980	1897,8	44,5	11,13	5,862 x 10 <sup>-3</sup>

Para la estimación de la incertidumbre de las mediciones realizadas por el analista, se tendrá en cuenta la desviación estándar obtenida a 186,3 ppm; ya que es la incertidumbre relativa más alta.

La incertidumbre relativa para la repetibilidad de las mediciones de DBO<sub>5</sub> realizadas por el analista es:

$$u_{(uA/A)} = 8,052 \times 10^{-3} \quad (7.7.1.)$$

## 8. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE DBO<sub>5</sub> EN AGUA

### 8.1. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE RELATIVA COMBINADA

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

La incertidumbre relativa combinada correspondiente a la medición de DBO<sub>5</sub> para concentraciones entre 3,00 y 14000 mg/L se obtiene al combinar las incertidumbres relativas individuales de cada una de las contribuciones, para esto se aplica los lineamientos establecidos en el numeral 6.6. del procedimiento PRT-03 "Cálculo de incertidumbre"

**Valor estimado de la incertidumbre relativa combinada para el método de medición de DBO<sub>5</sub>= 0,0575**

## **8.2. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EXPANDIDA**

Considerando un nivel de confianza del 95% y un factor de cobertura de k=2 se tiene que la incertidumbre expandida para la medición de DBO<sub>5</sub> utilizando el método "Test DBO 5 días con electrodo de membrana, 5210 B. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd Edition (2012); para concentraciones entre 3,00 y 14000 mg/L en el Laboratorio de Calidad de Aguas - ECOCHEMICAL S.A.S. es:

$$U_{DBO} = 0,0575 * 2 = 0,115 = 11,5\%$$



**ECOCHEMICAL S.A.S**

**ECOCHEMICAL S.A.S**

**INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)**

**CÓDIGO**  
IFV - 03

**VERSIÓN**  
01

**FECHA**  
22/09/2020

Fuente de Incertidumbre Magnitud de entrada x <sub>i</sub>	Valor estimado x <sub>i</sub>	Unidades	Fuente de Información	Incertidumbre original	Unidades	Tipo de distribución	Incertidumbre estándar u(x <sub>i</sub> )	Unidades	Incertidumbre relativa u(x <sub>i</sub> )/x <sub>i</sub>	$\left(\frac{u(x_i)}{x_i}\right)^2$
<b>1. Preparación del estándar a glucosa- ácido gluconico</b>										
Pureza del Ácido gluconico	99,8	%	Certificado	0,2	%	B.rect. K=(n+1)3	0,115	%	1,157E-03	1,339E-06
Linealidad de la balanza en el peso del ácido gluconico	0,150	g	Certificado	1,502E-04	g	B.rect. K=2	7,510E-05	g	5,007E-04	2,507E-07
Pureza de la Glucosa	99	%	Certificado	1,0	%	B.rect. K=(n+1)3	0,577	%	5,832E-03	3,401E-05
Linealidad de la balanza en el peso de la glucosa	0,150	g	Certificado	1,502E-04	g	B.rect. K=2	7,510E-05	g	5,007E-04	2,507E-07
Balón volumétrico de 1000 ml	1000	ml	Certificado	0,4	ml	B.rect. K=(n+1)3	0,2309	ml	2,309E-04	2,333E-08
Diferencia de temperatura del fabricante del balón y temp. ambiente	23,0	° C	Calculado	1,260E-02	° C	A.rect. K=(n+1)3	7,275E-03	° C	3,163E-04	1,000E-07
<b>2. Dilución de muestra antes de sembra</b>										
Repetibilidad del llenado de la pipeta de 10 ml	9,943	ml	Mediciones	0,0357	ml	A.rect. K=10	1,13E-02	ml	1,14E-03	1,289E-06
Repetibilidad del llenado del balón de 100 ml	99,3847	ml	Mediciones	0,2846	ml	A.rect. K=10	9,00E-02	ml	9,02E-04	8,13E-07
Diferencia de temperatura del fabricante del balón y temp. ambiente	23,0	° C	Calculado	1,260E-02	° C	A.rect. K=(n+1)3	7,275E-03	° C	3,163E-04	1,000E-07
<b>3. Medición de alícuota y sembra de muestras</b>										
Repetibilidad del llenado de la pipeta de 10 ml	9,943	ml	Mediciones	0,0357	ml	A.rect. K=10	1,13E-02	ml	1,14E-03	1,289E-06
Reproducibilidad de la concentración de DBO en el agua de dilución	0,930	mg/L	Mediciones	0,0900	mg/L	A.rect. K=10	0,0285	mg/L	3,060E-02	9,365E-04
Volumen de las botellas yojiler	304,8148	ml	Mediciones	9,4485	ml	A.rect. K=10	2,99E+00	ml	9,803E-03	9,610E-05
<b>4. Medición del oxígeno disuelto Inicial</b>										
Repetibilidad del analista en la medición de oxígeno disuelto	7,33	mg/L	Mediciones	0,0152	mg/L	A.rect. K=10	4,807E-03	mg/L	6,383E-04	4,074E-07
Incertidumbre de la temperatura del electrodo de luminiscencia	21,0	° C	Certificado	0,7	° C	B.rect. K=2	0,35	° C	1,667E-02	2,778E-04
<b>5. Temperatura de Incubación</b>										
Temperatura de incubación	20	° C	Certificado	0,43	° C	B.rect. K=2	0,215	° C	1,075E-02	1,156E-04
<b>6. Medición del oxígeno disuelto final</b>										
Repetibilidad del analista en la medición de oxígeno disuelto	4,45	mg/L	Mediciones	0,0236	mg/L	A.rect. K=10	7,46E-03	mg/L	1,677E-03	2,813E-06
Incertidumbre de la temperatura del electrodo de luminiscencia	21,0	° C	Certificado	0,7	° C	B.rect. K=2	0,35	° C	1,667E-02	2,778E-04
<b>7. Medición de concentración de DBO<sub>5</sub> por parte del analista</b>										
Repetibilidad de mediciones	186,3	mg/L	Mediciones	6	mg/L	A.rect. K=10	1,5	mg/L	8,052E-03	6,483E-05

<b>u (mg/L) = k * Incertidumbre relativa combinada</b>	Incertidumbre relativa combinada	0,0575
	Incertidumbre expandida K=2	0,115

La incertidumbre a reportar para una concentración dada de DBO<sub>5</sub> en un rango entre 3,00 y 14000 mg/L es = 0,115 \* C

C = Concentración de DBO<sub>5</sub> en mg/L medida para la muestra

 <b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 03
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGENO (DBO<sub>5</sub>)</b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020

## 9. DECLARACIÓN DE IDONEIDAD DEL MÉTODO

Luego de evaluar los resultados obtenidos en la validación y estimación de la incertidumbre del método PAF-01 “Demanda Bioquímica de Oxígeno con electrodo de luminiscencia (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd Edition 5210 B)”, se aprueba y se libera el uso de este método en el Laboratorio de calidad de aguas ECOCHEMICAL S.A.S. para la determinación de DBO<sub>5</sub> en aguas naturales, residuales domésticas y residuales industriales; para un rango de trabajo entre 3,00 y 14000 mg/L.

Fecha: septiembre de 2020.

Analista Titular: Mauricio Londoño Figueroa

Analista Suplente: Jaime Gallego

Elaboró: Mauricio Londoño Figueroa – practicante U.de.A.

## 10. ANEXOS

**Anexo 1.** FVM 01-01 Cálculos de validaciones e incertidumbres de la técnica para la determinación de la DBO Total

	<b>ECOCHEMICAL S.A.S</b>	<b>CÓDIGO</b> IFV - 01
	<b>INFORME FINAL DE VALIDACIÓN DBO<sub>5</sub></b>	<b>VERSIÓN</b> 01
		<b>FECHA</b> 22/09/2020