

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

**INFORME FINAL DE VALIDACION DESÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES SECADOS A
103-105°C, MÉTODO GRAVIMÉTRICO**

CONTROL DE CAMBIO A VERSION

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO
01	23/09/2020	Versión inicial

FIRMA:	FIRMA:	FIRMA:
ELABORÓ: Mauricio Londoño Figueroa	REVISÓ: Jhon Fredy Cardona	APROBÓ:
FECHA: 23/09/2020	FECHA:	FECHA:

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS	VERSIÓN 01
	SUSPENDIDOS TOTALES	FECHA 23/09/2020

CONTENIDO

1.	OBJETIVO	4
2.	ALCANCE	4
3.	MATERIALES.....	4
3.1.	EQUIPOS Y VIDRIERÍA.....	4
3.2.	REACTIVOS.....	4
4.	INTRODUCCIÓN.....	4
5.	SOFTWARE UTILIZADO	5
6.	DESARROLLO DEL PLAN DE VALIDACIÓN.....	5
6.1.	PRECISIÓN.....	5
6.1.1.	Repetibilidad	5
6.1.2.	Precisión Intermedia.....	5
6.2.	EXACTITUD.....	6
6.2.1.	% de Error.....	6
6.3.	LÍMITE DE DETECCIÓN Y LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	6
6.3.1.	Límites de Detección y Cuantificación Teóricos	6
6.3.2.	Límite de Cuantificación Experimental	7
6.4.	SELECTIVIDAD	10
6.4.1.	% de Recuperación	10
6.5.	RANGO DE TRABAJO	10
6.6.	DETERMINACIÓN INICIAL DE LA CAPACIDAD DEL ANALISTA	10
7.1.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL FILTRO LIMPIO Y SECO (m_c)	11
7.1.1.	Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la pesada del filtro limpio y seco antes de la filtración, m_c	11
7.1.2.	Estimación de la incertidumbre aportada por la balanza en la pesada del filtro limpio y seco, m_c ..	12
7.2.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL FILTRO+ SST. (m_c+SST).....	13
7.2.1.	Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la pesada del filtro con muestra después de la filtración, m_c+SST	13
7.2.2.	Estimación de la incertidumbre aportada por la balanza en la pesada del filtro + sólidos suspendidos totales m_c+SST	14
7.3.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL VOLUMEN DE LA MUESTRA	14
7.3.1.	Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de muestra.....	14
7.3.2.	Incertidumbre debida a diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante y la de trabajo (t_t).	16
7.4.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA DEL HORNO DE SECADO	17

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

7.4.1. Estimación de la incertidumbre de la temperatura de secado del filtro limpio y seco antes de la filtración (S_c).....	17
7.4.2. Estimación de la incertidumbre de la temperatura de secado del filtro + SST. después de la filtración (S_{c+SST})	17
7.5. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LAS MEDICIONES REALIZADAS POR EL ANALISTA	17
7.5.1. Repetibilidad de las mediciones de Sólidos Suspendedos Totales realizadas por el analista (A)	18
8. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA	18
8.1. Estimación de la incertidumbre relativa combinada	18
8.2. Estimación de la incertidumbre expandida.....	19
9. DECLARACIÓN DE IDONEIDAD DEL MÉTODO	20
10. ANEXOS.....	21

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

1. OBJETIVO

Presentar los resultados e informe final de la validación y estimación de la incertidumbre de la metodología para la determinación de Sólidos Suspendedos Totales en el Laboratorio de Calidad de aguas – ECOCHEMICAL S.A.S.

2. ALCANCE

Este documento aplica a la determinación de Sólidos Suspendedos Totales en aguas superficiales y residuales domésticas e industriales, utilizando el método Gravimétrico 2540 D. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 rd Edition (2017). Pág. 2-70.

3. MATERIALES

3.1. EQUIPOS Y VIDRIERÍA

- Balanza analítica (EL-17)
- Filtros circulares de fibra de vidrio, sin aditivos orgánicos
- Balón volumétrico de 1000 mL.
- Probetas de 25, 50 y 100 mL.
- Pipeta de 10 mL boca ancha
- Horno de secado a temperatura 103-105 °C (EL-03)

3.2. REACTIVOS

- Agua desionizada
- Caolín lavado, filtrado y seco (secar a 200 °C por dos horas)

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

4. INTRODUCCIÓN

Con el objetivo de validar el método analítico PT7-04 Sólidos Suspendedos Totales. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 rd Edition 2540 D se describe en este informe una serie de evaluaciones aplicadas a los parámetros de fiabilidad delineados en el plan de validación PVI-06 Plan de Validación e Incertidumbre Sólidos Suspendedos Totales.

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

5. SOFTWARE UTILIZADO

Microsoft Excel 2016

6. DESARROLLO DEL PLAN DE VALIDACIÓN

6.1. PRECISIÓN

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

6.1.1. Repetibilidad

Con los datos obtenidos en la tabla 1 se calculó el % del coeficiente de variación. Estas pruebas fueron realizadas por el analista titular del método.

Concentración teórica del patrón (ppm)	% CV obtenido DÍA 1	% CV obtenido DÍA 2	Criterio de aceptación (%CV)
20	6,0	5,4	< 7
500	4,8	4,5	< 5
1500	3,3	2,9	< 5
40000	1,5	1,0	< 2

%CV= Coeficiente de variación

6.1.2. Precisión Intermedia

Con los datos obtenidos en la Tabla 2 se calculó los % de los coeficientes de variación. Estas pruebas fueron realizadas por el analista titular del método.

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

Concentración teórica del patrón (ppm)	% CV obtenido	Criterio de aceptación (%CV)
20	4,29	< 14
500	1,35	< 10
1500	1,51	< 10
40000	1,69	< 4

%CV= Coeficiente de variación

Se define que el método para Sólidos Suspendidos Totales (Gravimétrico) utilizado en el Laboratorio de Calidad de Aguas de 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.

6.2. EXACTITUD

6.2.1. % de Error

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)	% Error experimental	Criterio de aceptación (%error)
20	8,68	< 10
500	5,88	< 10
1500	5,25	< 10
40000	1,38	< 10

Se define que el método Gravimétrico para la determinación de Sólidos Suspendidos Totales utilizado en el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S. es exacto, ya que cumple los criterios de aceptación establecidos.

6.3. LÍMITE DE DETECCIÓN Y LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

6.3.1. Límites de Detección y Cuantificación Teóricos

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

Para la determinación del límite de detección y límite de cuantificación teóricos del método, se calculó el promedio y la desviación estándar de los resultados obtenidos en la tabla 3 para los blancos analizados.

Los resultados del límite de detección y límite de cuantificación teóricos fueron los siguientes:

No.	Peso inicial (g)	Volumen de muestra (mL)	Peso final (g)	Concentración (mg/L)
1	0,1350	1000	0,1338	-1,2
2	0,1317	1000	0,1325	0,8
3	0,1320	1000	0,1311	-0,9
4	0,1339	1000	0,1328	-1,1
5	0,1338	1000	0,1346	0,8
6	0,1330	1000	0,1332	0,2
7	0,1344	1000	0,1331	-1,3
8	0,1335	1000	0,1324	-1,1
9	0,1346	1000	0,1348	0,2
10	0,1335	1000	0,1355	2,0 (D.R.)
PROMEDIO				-0,40
DESVIACIÓN ESTÁNDAR				0,9
LÍMITE DE DETECCIÓN TEÓRICO DEL MÉTODO				2,3
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN TEÓRICO DEL MÉTODO				6,8

D.R.: Dato rechazo en el test de Grubbs

6.3.2. Límite de Cuantificación Experimental

Para la determinación del límite de cuantificación experimental, se preparó 10 patrones de 7 mg/L, se realizó tratamiento estadístico de datos y se calculó el % de error.

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

CONCENTRACIÓN DEL PATRÓN: 7,0 ppm				
No.	Peso inicial (g)	Volumen de muestra (mL)	Peso final (g)	Concentración (mg/L)
1	0,1327	1000	0,1388	6,1
2	0,1337	1000	0,1400	6,3
3	0,1343	1000	0,1401	5,8
4	0,1331	1000	0,1389	5,8
5	0,1349	1000	0,1402	5,3
6	0,1341	1000	0,1394	5,3
7	0,1340	1000	0,1394	5,4
8	0,1330	1000	0,1389	5,9
9	0,1341	1000	0,1396	5,5
10	0,1322	1000	0,1384	6,2
PROMEDIO				5,8
DESVIACIÓN ESTÁNDAR				0,37
% DE ERROR				17,7

Dado que el % de error obtenido no cumple el criterio de aceptación, se preparó 10 patrones de 10 ppm y se repitió el procedimiento; a continuación, se presentan los resultados:

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

CONCENTRACIÓN DEL PATRÓN: 10,0 ppm							
ANALISTA TITULAR				ANALISTA SUPLENTE			
No.	Volumen de muestra (mL)	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Concentración (mg/L)	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Concentración (mg/L)
1	1000	0,1292	0,1394	10,2	0,1267	0,1368	10,1
2	1000	0,1284	0,1382	9,8	0,1263	0,1365	10,2
3	1000	0,1279	0,1381	10,2	0,1264	0,1365	10,1
4	1000	0,1265	0,1363	9,8	0,1256	0,1356	10,0
5	1000	0,1272	0,1370	9,8	0,1273	0,1373	10,0
6	1000	0,1250	0,1342	9,2	0,1263	0,1366	10,3
7	1000	0,1268	0,1362	9,4	0,1259	0,1362	10,3
8	1000	0,1256	0,1350	9,4	0,1254	0,1354	10,0
9	1000	0,1351	0,1440	8,9	0,1251	0,1352	10,1
10	1000	0,1330	0,1418	8,8	0,1255	0,1356	10,1
PROMEDIO				9,6	PROMEDIO		10,1
DESVIACIÓN ESTÁNDAR				0,49	DESVIACIÓN ESTÁNDAR		0,11
% DE RECUPERACIÓN				95,5	% DE RECUPERACIÓN		101,2
% RSD				5,2	% RSD		1,1
% ERROR				4,5	% ERROR		1,2

Según los resultados, se puede determinar como límite de cuantificación experimental para la determinación de Sólidos Suspendedos Totales 10,0 mg/L, ya que cumple todos los criterios de aceptación establecidos:

Atributo	Analista Titular	Analista Suplente	Criterio de aceptación
Recuperación (%)	95,5	101,2	90 - 110
RSD (%)	5,2	1,1	≤ 20
Error (%)	4,5	1,2	≤ 10

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

6.4. SELECTIVIDAD

6.4.1. % de Recuperación

La muestra de agua superficial sin adición presentó una concentración promedio de 9,2 mg S.S.T./L. Se realizó una adición de 50 mg S.S.T./L. Se obtuvo una concentración promedio de 58,7 mg S.S.T./L para las muestras adicionadas.

La muestra de agua residual sin adición presentó una concentración promedio de 67,0 mg S.S.T./L. Se realizó una adición de 2000 mg S.S.T./L. Se obtuvo una concentración promedio de 2068 mg S.S.T./L para las muestras adicionadas.

Para determinar la selectividad del método, con los datos obtenidos en la Tabla 5 se verificó que el método cumpliera el criterio de aceptación establecido para el % de recuperación.

Matriz	% Recuperación experimental	Criterio de aceptación (%Recuperación)
Agua superficial Rango bajo	99	90-107
Agua residual Rango alto	100	90-107

Se define que el método gravimétrico para la determinación de Sólidos Suspendedos Totales utilizado en el Laboratorio de Calidad de Aguas de la empresa ECOCHEMICAL S.A.S., es selectivo para los analitos que se determinan.

6.5. RANGO DE TRABAJO

El método es aplicable en un rango de trabajo de 10,0 mg SST./L a 40000 mg SST./L.

6.6. DETERMINACIÓN INICIAL DE LA CAPACIDAD DEL ANALISTA

Luego de realizar las actividades indicadas en el numeral 6.7 del Plan de validación del método de Sólidos Suspendedos Totales, se obtuvo los siguientes resultados:

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

Concentración	Atributo	Analista Titular	Analista Suplente	Criterio de aceptación
Blanco	Concentración promedio (mg/L)	- 0,4	- 0,16	≤ 5,0
20 ppm	Recuperación (%)	92,8	96,8	80 - 120
	RSD (%)	4,3	2,8	≤ 20
500 ppm	Recuperación (%)	93,5	97,6	80 - 120
	RSD (%)	1,6	2,8	≤ 20
1500 ppm	Recuperación (%)	94,6	97,5	80 - 120
	RSD (%)	1,2	2,4	≤ 20
40000 ppm	Recuperación (%)	101,1	101,9	80 - 120
	RSD (%)	1,3	1,5	≤ 20

Dado el cumplimiento de los criterios de aceptación establecidos, se define que los analistas titular y suplente para el método gravimétrico de Sólidos Suspendedos Totales poseen la capacidad requerida para la realización de dicho análisis.

7. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE MASA DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN UN VOLUMEN DE AGUA

7.1. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL FILTRO LIMPIO Y SECO (m_c)

7.1.1. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la pesada del filtro limpio y seco antes de la filtración, m_c .

Para el cálculo de la incertidumbre debida a la repetibilidad de la pesada del filtro limpio y seco antes de la filtración, se consideran los datos obtenidos en la tabla 6.1. del anexo "cálculos y resultados"; se calcula incertidumbre relativa de todos los datos procesados tanto por el analista titular como por el analista suplente:

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

DATOS OBTENIDOS POR EL ANALISTA TITULAR- FILTROS LIMPIOS Y SECOS										
FILTRO	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
PROMEDIO (g)	0,1253	0,1270	0,1242	0,1273	0,1279	0,1279	0,1253	0,1270	0,1242	0,1273
DESV. EST. (g)	9,94 E-05	2,13 E-04	8,76 E-05	1,37 E-04	6,75 E-05	1,81 E-04	9,94 E-05	2,13 E-04	8,76 E-05	1,37 E-04
INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR (g)	3,14 E-05	6,74 E-05	2,77 E-05	4,33 E-05	2,13 E-05	5,74 E-05	3,14 E-05	6,74 E-05	2,77 E-05	4,33 E-05
INCERTIDUMBRE RELATIVA	2,51 E-04	5,31 E-04	2,23 E-04	3,40 E-04	1,67 E-04	4,48 E-04	2,51 E-04	5,31 E-04	2,23 E-04	3,40 E-04

DATOS OBTENIDOS POR EL ANALISTA SUPLENTE- FILTROS LIMPIOS Y SECOS										
FILTRO	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
PROMEDIO (g)	0,1293	0,1276	0,1272	0,1284	0,1303	0,1281	0,1275	0,1283	0,1295	0,1272
DESV. EST. (g)	1,51 E-05	1,14 E-05	3,81 E-04	2,12 E-04	3,88 E-05	9,00 E-05	1,26 E-05	1,65 E-05	2,36 E-05	1,17 E-05
INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR (g)	4,76 E-05	3,59 E-05	1,20 E-04	6,71 E-05	1,23 E-04	2,85 E-05	4,00 E-05	5,21 E-05	7,46 E-05	3,71 E-05
INCERTIDUMBRE RELATIVA	3,68 E-04	2,81 E-04	9,47 E-04	5,23 E-04	9,42 E-04	2,22 E-04	3,14 E-04	4,06 E-04	5,76 E-04	2,92 E-04

La incertidumbre relativa para la repetibilidad de la medida del filtro limpio y seco es la mayor reportada durante las mediciones realizadas por los analistas titular y suplente, por lo tanto, es:

$$u_r (umc/mc) = 9,47 \times 10^{-4} \quad (7.1.1.)$$

7.1.2. Estimación de la incertidumbre aportada por la balanza en la pesada del filtro limpio y seco, m_c

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 la masa del filtro limpio y seco antes de la filtración, teniendo el peso del filtro (0,1272 g):

$$U_{L(mc)} = 1,5013 \times 10^{-4}$$

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

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS	VERSIÓN 01
	SUSPENDIDOS TOTALES	FECHA 23/09/2020

$$u_{L (mc)} = 1,5013 \times 10^{-4} / 2 = 7,5064 \times 10^{-5} \text{ g}$$

La incertidumbre relativa para la linealidad la medida del peso del filtro limpio y seco es:

$$u_{L (umc/mc)} = 7,5064 \times 10^{-5} \text{ g} / 0,1272 \text{ g} = 5,9031 \times 10^{-4} \quad (7.1.2.)$$

7.2. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL FILTRO+ SST. (m_c +SST)

7.2.1. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la pesada del filtro con muestra después de la filtración, m_c +SST

Para el cálculo de la incertidumbre debida a la repetibilidad de la pesada del filtro+muestra luego de la filtración, se consideran los datos obtenidos en la tabla 6.2. del anexo “cálculos y resultados”; se calcula incertidumbre relativa de todos los datos procesados tanto por el analista titular como por el analista suplente:

DATOS OBTENIDOS POR EL ANALISTA TITULAR- FILTROS LUEGO DE LA FILTRACIÓN										
FILTRO	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
PROMEDIO (g)	0,1340	0,1353	0,1327	0,1363	0,1368	0,1368	0,1371	0,1384	0,1361	0,1355
DESV. EST. (g)	1,32 E-04	3,18 E-04	1,26 E-04	2,35 E-04	3,05 E-04	2,15 E-04	7,89 E-05	1,03 E-04	1,10 E-04	2,10 E-04
INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR (g)	4,16 E-05	1,00 E-04	4,00 E-05	7,42 E-05	9,64 E-05	6,79 E-05	2,49 E-05	3,27 E-05	3,48 E-05	6,63 E-05
INCERTIDUMBRE RELATIVA	3,11 E-04	7,43 E-04	3,01 E-04	5,45 E-04	7,04 E-04	4,96 E-04	1,82 E-04	2,36 E-04	2,56 E-04	4,90 E-04

DATOS OBTENIDOS POR EL ANALISTA SUPLENTE- FILTROS LUEGO DE LA FILTRACIÓN										
FILTRO	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
PROMEDIO (g)	0,1377	0,1364	0,1356	0,1375	0,1391	0,1380	0,1375	0,1383	0,1399	0,1379
DESV. EST. (g)	1,23 E-04	5,27 E-05	1,79 E-04	5,16 E-05	5,68 E-05	6,40 E-05	7,89 E-05	8,16 E-05	1,03 E-04	1,42 E-04
INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR (g)	3,89 E-05	1,67 E-05	5,67 E-05	1,63 E-05	1,80 E-05	2,02 E-05	2,49 E-05	2,58 E-05	3,27 E-05	4,48 E-05
INCERTIDUMBRE RELATIVA	2,82 E-04	1,22 E-04	4,18 E-04	1,19 E-04	1,29 E-04	1,47 E-04	1,81 E-04	1,87 E-04	2,33 E-04	3,25 E-04

La incertidumbre relativa para la repetibilidad de la medida del filtro con muestra después de la filtración, es la mayor reportada durante las mediciones realizadas por los analistas titular y suplente, por lo tanto es:

$$u_r (umc/mc) = 7,43 \times 10^{-4} \quad (7.2.1.)$$

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

7.2.2. Estimación de la incertidumbre aportada por la balanza en la pesada del filtro + sólidos suspendidos totales m_{c+SST} .

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 la masa del filtro con muestra después de la filtración, teniendo el peso del filtro (0,1353 g):

$$U_{L(mc)} = 1,5014 \times 10^{-4}$$

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

$$u_{L(mc)} = 1,5014 \times 10^{-4} / 2 = 7,5068 \times 10^{-5} \text{ g}$$

La incertidumbre relativa para la linealidad la medida del peso del filtro+muestra es:

$$u_{L(umc/mc)} = 7,5068 \times 10^{-5} / 0,1353 \text{ g} = 5,5482 \times 10^{-4} \quad (7.2.2.)$$

7.3. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL VOLUMEN DE LA MUESTRA

7.3.1. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de muestra

Luego de realizar la verificación del volumen de la pipeta boca ancha de 10 mL, y de las probetas de 10, 50, 100 mL; se obtiene los siguientes resultados:

	ECOCHEMICAL S.A.S		CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES		VERSIÓN 01
			FECHA 23/09/2020

ELEMENTO	DÍA	VALOR PROMEDIO MEDIDO EN EL DÍA (mL)	PROMEDIO DE LOS VALORES MEDIDOS EN LOS 3 DIAS (mL)	DESV. ESTAN. (mL)	PROMEDIO DE LA DESV. ESTAN. (mL)	Incert. Estándar (mL)	Incert. Relativa
Pipeta de 10 mL No. 1	1	9,8026	9,8279	0,0294	0,0258	0,0081	8,29E-04
	2	9,8430		0,0257			
	3	9,8380		0,0221			
Pipeta de 10 mL No. 2	1	9,9371	9,9490	0,0320	0,0343	0,0109	1,09E-03
	2	9,9668		0,0353			
	3	9,9430		0,0357			
Probeta de 10 mL No. 1	1	10,0958	10,1231	0,0033	0,0183	0,0058	5,73E-04
	2	10,1156		0,0130			
	3	10,1580		0,0387			
Probeta de 10 mL No. 2	1	10,0131	10,0506	0,0854	0,0463	0,0147	1,46E-03
	2	9,9801		0,0133			
	3	10,1587		0,0404			
Probeta de 50 mL No. 1	1	49,7167	49,7578	0,0014	0,0306	0,0097	1,95E-04
	2	49,7635		0,0523			
	3	49,7932		0,0382			
Probeta de 50 mL No. 2	1	49,8005	49,8290	0,1628	0,0983	0,0311	6,24E-04
	2	49,8722		0,0576			
	3	49,8142		0,0744			
Probeta de 100 mL No. 1	1	99,5804	99,7301	0,1810	0,1503	0,0475	4,77E-04
	2	99,7401		0,1643			
	3	99,8699		0,1057			
Probeta de 100 mL No. 2	1	99,8200	99,8233	0,1031	0,1199	0,0379	3,80E-04
	2	99,7501		0,1078			
	3	99,8998		0,1488			
Balón volumétrico de 500 mL No. 1	1	498,940	498,9930	0,0992	0,1178	0,0373	7,47E-05
	2	499,000		0,1176			
	3	499,040		0,1367			
Balón volumétrico de 500 mL No. 2	1	498,850	498,8799	0,0815	0,1207	0,0382	7,65E-05
	2	498,970		0,1984			
	3	498,820		0,0821			
Balón volumétrico de 1000 mL No. 1	1	997,690	997,7299	0,0566	0,0934	0,0295	2,96E-05
	2	997,750		0,0970			
	3	997,750		0,1266			
Balón volumétrico de 1000 mL No. 2	1	997,870	997,737	0,1249	0,123	0,0389	3,90E-05
	2	997,620		0,1809			
	3	997,720		0,0631			

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

Para la estimación de la incertidumbre de la medición del volumen de la muestra, se tendrá en cuenta la incertidumbre relativa obtenida para la probeta No. 2 de 10 mL, ya que es el elemento que mayor incertidumbre presentó con los datos recolectados:

La incertidumbre relativa para la repetibilidad de las mediciones del volumen de las muestras es:

$$u_{(uV/V)} = 1,46 \times 10^{-3} \quad (7.3.1.)$$

7.3.2. Incertidumbre debida a diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante y la de trabajo (t_i).

Para estimar la incertidumbre por éste efecto se necesita conocer el intervalo de temperatura en el que varia la medición y el coeficiente de expansión de volumen.

La temperatura reportada en la especificación de la probeta de 20°C y la temperatura en el laboratorio en promedio es de 26°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:

$$u_i = \frac{(20 * 6 * 2.1 * 10^{-4})}{\sqrt{3}} = 0,0145$$

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

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

$$u_t (u_{t/t}) = 0,0145 \text{ } ^\circ\text{C} / 26 \text{ } ^\circ\text{C} = 5,595 \times 10^{-4} \text{ (7.3.2.)}$$

7.4. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA DEL HORNO DE SECADO

7.4.1. Estimación de la incertidumbre de la temperatura de secado del filtro limpio y seco antes de la filtración (S_c)

La incertidumbre del horno de secado a la temperatura de 105 °C es:

$$U_{(termrb)} = 0,50 \text{ } ^\circ\text{C}$$

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

$$U_{(termor)} = 0,50 / 2 = 0,25 \text{ } ^\circ\text{C}$$

La incertidumbre relativa para la variación de temperatura del horno de secado es;

$$u (u_{\text{horno/horno}}) = 0,25 \text{ } ^\circ\text{C} / 105 \text{ } ^\circ\text{C} = 2,3810 \times 10^{-3} \text{ (7.4.1.)}$$

7.4.2. Estimación de la incertidumbre de la temperatura de secado del filtro + SST. después de la filtración (S_{c+SST})

La incertidumbre del horno de secado a la temperatura de 105 °C es:

$$U_{(termrb)} = 0,50 \text{ } ^\circ\text{C}$$

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

$$U_{(termor)} = 0,50 / 2 = 0,25 \text{ } ^\circ\text{C}$$

La incertidumbre relativa para la variación de temperatura del horno de secado es;

$$u (u_{\text{horno/horno}}) = 0,25 \text{ } ^\circ\text{C} / 105 \text{ } ^\circ\text{C} = 2,3810 \times 10^{-3} \text{ (7.4.2.)}$$

7.5. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LAS MEDICIONES REALIZADAS POR EL ANALISTA

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

7.5.1. Repetibilidad de las mediciones de Sólidos Suspendedos Totales realizadas por el analista (A)

Luego de realizar la validación del método gravimétrico para la determinación de Sólidos Suspendedos Totales se obtuvo los siguientes datos de las mediciones realizadas por el analista a diferentes rangos de concentración:

CONCENTRACIÓN TEÓRICA (mg/L)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	CONCENTRACIÓN EXPERIMENTAL PROMEDIO (mg/L)	INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR	INCERTIDUMBRE RELATIVA
20	1,1041	19,4	0,3491	$1,796 \times 10^{-2}$
500	21,45	460,5	6,784	$1,473 \times 10^{-2}$
1500	43,8	1429,5	13,85	$9,690 \times 10^{-3}$
40000	502	40250	158,76	$3,944 \times 10^{-3}$

Para la estimación de la incertidumbre de las mediciones realizadas por el analista, se tendrá en cuenta la desviación estándar obtenida a 20 mg/L; ya que es la incertidumbre más alta reportada en el proceso de validación.

La incertidumbre estándar para esta medida es de:

$$u_{(A)} = 1,1041 / \sqrt{10} = 0,3491 \text{ mg/L}$$

La incertidumbre relativa para la repetibilidad de las mediciones de Sólidos Suspendedos Totales realizadas por el analista es:

$$u_{(u/A)} = 0,3491 \text{ mg/L} / 19,4 \text{ mg/L} = 1,796 \times 10^{-2} \quad (7.5.1.)$$

8. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUA

8.1. Estimación de la incertidumbre relativa combinada

La incertidumbre relativa combinada correspondiente a la medición de Sólidos Suspendedos Totales para concentraciones entre 10,0 mg/L y 40000 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 Procedimiento para la estimación de la Incertidumbre.

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

Valor estimado de la incertidumbre relativa combinada para el método de medición de Sólidos Suspendidos Totales= 0.0184

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 Sólidos Suspendidos Totales utilizando el método Gravimétrico 2540 D. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22Rd Edition (2017).; para concentraciones entre 10,0 mg/L y 40000 mg/L en el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S. es:

$$U_{s.t.} = 0,0184 * 2 = 0,037 = 3,7\%$$

	ECOCHEMICAL S.A.S		CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES		VERSIÓN 01
			FECHA 23/09/2020

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES EN AGUAS

Fuente de Incertidumbre Magnitud de entrada x_i	Valor estimado x_i	Unidades	Fuente de información	Incertidumbre original	Unidades	Tipo de distribución	Incertidumbre estándar $u(x_i)$	Unidades	Incertidumbre relativa $u(x_i)/x_i$	$\left(\frac{u(x_i)}{x_i}\right)^2$
1. Peso del filtro limpio y seco										
Calibración de la balanza (peso inicial)	0,1272	g	Certificado	1,501E-04	g	B, normal, K=2	7,507E-05	g	5,901E-04	3,48E-07
Repetibilidad del peso inicial	0,1272	g	Mediciones	3,806E-04	g	A, normal K=10	1,204E-04	g	9,463E-04	8,95E-07
2. Peso del filtro+muestra										
Calibración de la balanza (peso final)	0,1353	g	Certificado	1,501E-04	g	B, normal, K=2	7,507E-05	g	5,548E-04	3,08E-07
Repetibilidad del peso final	0,1353	g	Mediciones	3,180E-04	g	A, normal K=10	1,006E-04	g	7,432E-04	5,52E-07
3. Medición del volumen de muestra										
Repetibilidad del llenado de la probeta de 10 mL	10,0506	mL	Mediciones	0,0463	mL	A, normal K=10	1,464E-02	mL	1,457E-03	2,12E-06
Diferencia de temperatura	26	° C	Calculada	0,0252	° C	A, rect K= $\frac{1}{\sqrt{3}}$	1,455E-02	° C	5,596E-04	3,13E-07
4. Temperatura de secado del filtro limpio										
Incertidumbre del horno de secado	105	° C	Certificado	0,50	° C	B, normal, K=2	0,250	° C	2,381E-03	5,67E-06
5. Temperatura de secado del filtro + muestra										
Incertidumbre del horno de secado	105	° C	Certificado	0,50	° C	B, normal, K=2	0,250	° C	2,381E-03	5,67E-06
6. Medición de concentración de Sólidos Suspendedos Totales por parte del analista										
Repetibilidad de mediciones	19,4	mg/L	Mediciones	1,1041	mg/L	A, normal K=10	0,3491	mg/L	1,800E-02	3,24E-04

u (mg/L) = k * Incertidumbre relativa combinada	→	Incertidumbre relativa combinada	0,0184
		Incertidumbre expandida K=2	0,037

La incertidumbre para una concentración dada de Sólidos Totales en un rango entre 10,0 mg/L y 40000 mg/L es = 0,037 * C

C= Concentración de Sólidos Suspendedos Totales en mg/L medida para la muestra.

9. DECLARACIÓN DE IDONEIDAD DEL MÉTODO

Luego de evaluar los resultados obtenidos en la validación del método PT7-04 en el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S., “Sólidos Suspendedos Totales” método Gravimétrico (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd Edition 2540 D); se aprueba y se libera el uso de este método en el Laboratorio para la determinación de Sólidos Suspendedos Totales

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 04
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES	VERSIÓN 01
		FECHA 23/09/2020

en aguas naturales, residuales domésticas y residuales industriales, para un rango de trabajo entre 10,0 mg/L y 40000 mg/L.

Fecha: septiembre 22 de 2020.
Analista Titular: Mauricio Londoño Figueroa
Analista Suplente: Jaime Gallego
Elaboró: Mauricio Londoño Figueroa

10. ANEXOS

Anexo 1. FVM 06-01 Cálculos de validaciones e incertidumbres de la técnica para la determinación de Sólidos Suspendidos ToTales