

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

**INFORME FINAL DE VALIDACIÓN
GRASAS Y ACEITES, MÉTODO DE EXTRACCIÓN SOXHLET 5520 D**

CONTROL DE CAMBIO A VERSION

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO
01	24/09/2020	Versión inicial

FIRMA:	FIRMA:	FIRMA:
ELABORÓ: Mauricio Londoño Figueroa	REVISÓ: Jhon Fredy Cardona	APROBÓ:
FECHA: 24/09/2020	FECHA:	FECHA:

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

CONTENIDO

1.	OBJETIVO	13
2.	ALCANCE	13
3.	MATERIALES.....	13
3.1.	EQUIPOS Y VIDRIERÍA.....	13
3.2.	REACTIVOS.....	13
4.	INTRODUCCIÓN.....	14
5.	SOFTWARE UTILIZADO	14
6.	DESARROLLO DEL PLAN DE VALIDACIÓN.....	14
6.1.	PRECISIÓN.....	14
6.1.1.	Repetibilidad	14
6.1.2.	Precisión Intermedia.....	16
6.2.	EXACTITUD.....	18
6.2.1.	% de Error.....	18
6.3.	LÍMITE DE DETECCIÓN Y LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	19
6.3.1.	Límites de Detección y Cuantificación Teóricos	19
6.3.2.	Límite de Cuantificación Experimental	20
6.4.	SELECTIVIDAD	22
6.4.1.	Recuperación.....	22
6.5.	RANGO DE TRABAJO	22
6.6.	DETERMINACIÓN INICIAL DE LA CAPACIDAD DEL ANALISTA	22
7.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUA.....	23
7.1.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL BALÓN + PERLAS DE EBULLICIÓN, LIMPIO Y SECO ANTES DE LA EXTRACCIÓN, m_b	23
7.1.1.	Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad en la pesada del balón + perlas de ebullición limpio y seco antes de la extracción, m_b	23
7.2.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL BALÓN DESPUÉS DE REALIZAR LA EXTRACCIÓN DE LAS GRASAS Y ACEITES m_b+GyA	24
7.2.1.	Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la pesada del balón después de la extracción m_b+GyA	24
7.3.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL VOLUMEN DE LA MUESTRA.....	25
7.3.1.	Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del volumen de muestra medido con la probeta de 1000 mL.....	25
7.2.3.	Estimación de la incertidumbre de la precisión de la probeta de 1000 ML usada para la medición del volumen de muestra.....	25
7.2.4.	Incertidumbre debida a diferencia de temperatura entre la temperatura de especificación del fabricante y la de trabajo (t_t)	25
7.3.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA DEL HORNO DE SECADO	26

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

7.3.3.	Estimación de la incertidumbre de la temperatura de secado del balón + perlas de ebullición antes de la extracción (S_b)	26
7.3.4.	Estimación de la incertidumbre de la temperatura de secado del balón después de la extracción (S_{b+GyA})	26
7.4.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL PROCESO DE ANÁLISIS REALIZADO POR EL ANALISTA	27
7.4.3.	Repetibilidad de las mediciones de Grasas y Aceites realizadas por el analista (A)	27
7.5.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL TIEMPO DE EXTRACCIÓN DE LA MUESTRA	28
7.5.3.	Tiempo de extracción de la muestra (T_{ext})	28
8.	ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUA.....	28
8.2.	Estimación de la incertidumbre relativa combinada	28
8.3.	Estimación de la incertidumbre expandida	29
9.	DECLARACIÓN DE IDONEIDAD DEL MÉTODO	31
10.	ANEXOS	31

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

1. OBJETIVO

Presentar los resultados e informe final de la validación y estimación de la incertidumbre de la metodología para la determinación de Grasas y Aceites en el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S.

2. ALCANCE

Este documento aplica a la determinación de *Grasas y Aceites* en aguas, utilizando el método de Extracción Soxhlet 5520 D, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 rd Edition (2017). Pág. 5-45.

3. MATERIALES

3.1. EQUIPOS Y VIDRIERÍA

- Equipo de extracción Soxhlet (EL-24)
- Balanza analítica (EL-17)
- Balones volumétricos 1000 mL
- Probetas de 1000 mL
- Frasco lavador
- Adaptador de destilación
- Equipo de filtración al vacío
- Embudo Buchner
- Papel filtro de 125 mm banda blanca o su equivalente.
- Discos de tela de muselina, 125 mm
- Perlas de ebullición
- Desecador
- Balón de 250 mL esmerilado
- Horno de secado a temperatura 103-105 °C

3.2. REACTIVOS

- Ácido Sulfúrico (H₂SO₄) 97% grado analítico
- Ácido Sulfúrico (H₂SO₄) 95-97% grado comercial
- Ácido Clorhídrico (HCl) 37%
- Hexano (CH₃(CH₂)₄CH₃)
- Celite-545
- Aceite Oleocali
- Agua Desionizada

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

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

4. INTRODUCCIÓN

Con el objetivo de validar el método analítico PT7-05 Grasas y Aceites. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23 rd Edition 5520 D” se describe en este informe una serie de evaluaciones aplicadas a los parámetros de fiabilidad delineados en el plan de validación PVI-03.

5. SOFTWARE UTILIZADO

Microsoft Excel 2016

6. DESARROLLO DEL PLAN DE VALIDACIÓN

6.1. PRECISIÓN

Para determinar la precisión del método, se efectuaron una serie de mediciones para calcular los coeficientes de variación en función de los porcentajes de recuperación obtenidos.

6.1.1. Repetibilidad

Con los datos relacionados en la Tabla 1 del formato FVM-03, se calculó el porcentaje del coeficiente de variación a una concentración aproximada de 20 mg/L sabiendo la dificultad que genera el pesar un reactivo tan viscoso como el aceite. Estas pruebas fueron realizadas por el analista titular del método.

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

No.	Peso de aceite (mg)	Peso inicial del balón (g)	Volumen de muestra (mL)	Peso final del balón (g)	Concentración (mg/L)	% de recuperación
1	19,6	81,0874	1000	81,1082	20,8	106,1
2	20,2	85,7926	1000	85,8135	20,9	103,5
3	19,4	88,9359	1000	88,9569	21,0	108,2
4	19,3	85,2346	1000	85,2548	20,2	104,7
5	19,8	103,7329	1000	103,7535	20,6	104,0
6	20,4	85,7921	1000	85,8132	21,1	103,4
7	20,6	88,9369	1000	88,9591	22,2	107,8
Promedio (X)						105,4
Desviación Estándar (S)						2,0
Porcentaje de Coeficiente de Variación (% CV)						1,9

Los valores obtenidos cumplen los límites establecidos ($\%CV < 7$), por lo tanto, se demuestra que la repetibilidad es adecuada a los rangos medidos.

Con los datos relacionados en la tabla 1 del formato FVM-03, se calculó el porcentaje del coeficiente de variación a una concentración aproximada de 250 mg/L sabiendo la dificultad que genera el pesar un reactivo tan viscoso como el aceite. Estas pruebas fueron realizadas por el analista titular del método.

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

No.	Peso de aceite (mg)	Peso inicial del balón (g)	Volumen de muestra (mL)	Peso final del balón (g)	Concentración (mg/L)	% de recuperación
1	253,6	91,2141	1000	91,4784	264,3	104,2
2	254,3	87,7036	1000	87,9677	264,1	103,9
3	252,8	90,8804	1000	91,1435	263,1	104,1
4	251,9	87,1218	1000	87,3750	253,2	100,5
5	253,2	87,6861	1000	87,9280	241,9	95,5
6	259,1	91,2156	1000	91,4846	269,0	103,8
7	250,1	105,7712	1000	106,0315	260,3	104,1
Promedio (X)						102,3
Desviación Estándar (S)						3,3
Porcentaje de Coeficiente de Variación (% CV)						3,2
Promedio (X) Recalculado al eliminar dato 5						103,4
Desviación Estándar (S) Recalculado al eliminar dato 5						1,4
Porcentaje de Coeficiente de Variación (% CV) Recalculado al eliminar dato 5						1,4

Del total de datos obtenidos se tuvo que eliminar un dato (el # 5) ya que a través del test de Grubb's demostró no cumplir los criterios haciéndose necesario recalcularse los valores, aunque en ambos casos el criterio de aceptación para la prueba (%CV < 5) se cumplió.

6.1.2. Precisión Intermedia

Con los datos obtenidos en la tabla 2 del formato FVM-03, se calcularon los porcentajes de los coeficientes de variación en dos concentraciones: 100 ppm aproximadamente y 250 ppm aproximadamente. Estas pruebas fueron realizadas por el analista titular del método.

	ECOCHEMICAL S.A.S						CÓDIGO IFV – 05	
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES						VERSIÓN 01	
							FECHA 24/09/2020	

Temperatura (°C)	Humedad relativa (%)	Fecha	Peso de aceite (mg)	Peso inicial (g)	Volumen de muestra (mL)	Peso final (g)	Concentración (mg/L)	% de recuperación
25,3	61	2020-09-01	102,0	88,1971	1000	88,3147	117,6	115,3
			105,8	106,3261	1000	106,4401	114,0	107,8
23,5	55	2020-09-02	102,3	89,9293	1000	90,0235	94,2	92,1
			103,1	107,6623	1000	107,76	97,7	94,8
24,2	62	2020-09-03	100,3	83,1111	1000	83,2186	107,5	107,2
			105,2	90,9080	1000	91,0228	114,8	109,1
24,5	65	2020-09-04	100,4	87,1184	1000	87,2149	96,5	96,1
			103,8	105,7929	1000	105,9001	107,2	103,3
24,4	66	2020-09-07	98,9	87,1244	1000	87,2362	111,8	113,0
			103,5	90,8992	1000	90,9892	90,0	87,0
25,1	61	2020-09-08	101,1	83,0598	1000	83,1718	112,0	110,8
			103,5	90,8509	1000	90,9516	100,7	97,3
26,0	63	2020-09-09	101,3	87,1239	1000	87,2339	110,0	108,6
			103,3	87,6960	1000	87,8022	106,2	102,8
Promedio (X)								103,2
Desviación Estándar (S)								8,5
Porcentaje Coeficiente Variación (% CV)								8,3

Los datos obtenidos cumplen con el criterio de aceptación establecido (%CV < 10).

	ECOCHEMICAL S.A.S		CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES		VERSIÓN 01
			FECHA 24/09/2020

Temperatura (°C)	Humedad relativa (%)	Fecha	Peso de aceite (mg)	Peso inicial (g)	Volumen de muestra (mL)	Peso final (g)	Concentración (mg/L)	% de recuperación
24,4	64	2020-09-01	251,1	105,7504	1000	105,9857	235,3	93,7
			255,8	105,7804	1000	106,0118	231,4	90,5
24,8	60	2020-09-02	253,6	91,2141	1000	91,4784	264,3	104,2
			254,3	87,7036	1000	87,9677	264,1	103,9
24,9	61	2020-09-03	252,8	90,8804	1000	91,1435	263,1	104,1
			251,9	87,1218	1000	87,3750	253,2	100,5
26,2	57	2020-09-04	252,9	83,0198	1000	83,2832	263,4	104,2
			253,2	87,6861	1000	87,9280	241,9	95,5
26	55	2020-09-07	254,9	90,8747	1000	91,1433	268,6	105,4
			259,1	91,2156	1000	91,4846	269,0	103,8
25,8	52	2020-09-08	250,1	105,7712	1000	106,0315	260,3	104,1
			252,2	83,0187	1000	83,2750	256,3	101,6
25,2	50	2020-09-09	253,5	87,6845	1000	87,9390	254,5	100,4
			249,6	90,8725	1000	91,1213	248,8	99,7
Promedio (X)								100,8
Desviación Estándar (S)								4,6
Porcentaje Coeficiente Variación (% CV)								4,5

Los patrones de 250 ppm mostraron un comportamiento adecuado en cuanto a sus variaciones, y al igual que los datos del patrón anterior está por debajo del valor límite aceptado (%CV <10).

En general se demuestra que el método es preciso, aunque con cierto sesgo positivo que se entiende dado el carácter del parámetro en análisis.

6.2. EXACTITUD

6.2.1. % de Error

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

Los porcentajes de error se calcularon a partir de los datos obtenidos en la tabla 2 del formato FVM-03.

Rango	Valor promedio de las adiciones (ppm)	% Error experimental	Criterio de aceptación (% error)
Bajo	106,0	3,2	< 15
Alto	253,2	0,8	< 15

Los valores calculados para la exactitud demuestran que el método para la determinación de Grasas y Aceites 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

Para la determinación del límite de detección teórico (LDM) del método, se calculó el promedio y la desviación estándar de los resultados obtenidos en la tabla 3 para los blancos analizados, a partir del límite de detección se calculó el de cuantificación (LQM) teórico.

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

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

No.	Peso inicial (g)	Volumen de muestra (mL)	Peso final (g)	Concentración (mg/L)
1	81,139	1000	81,142	2,9
2	85,813	1000	85,816	3,6
3	88,948	1000	88,952	3,2
4	89,301	1000	89,304	3,2
5	103,877	1000	103,882	4,2
6	85,817	1000	85,820	3,3
7	88,943	1000	88,947	3,7
8	99,155	1000	99,156	1,3
9	104,569	1000	104,571	2,2
10	87,973	1000	87,976	2,5
Promedio (X)				3,0
Desviación Estándar (S)				0,8
Límite Detección del Método (LDM)				5,5
Límite Cuantificación del Método (LQM)				16,5

6.3.2. Límite de Cuantificación Experimental

Conociendo el límite de cuantificación teórico se trabajó una serie de patrones con una concentración un poco menor a este (16 ppm aproximadamente) para determinar si el método permite cuantificar y recuperar satisfactoriamente analito a esas concentraciones.

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

CONCENTRACIÓN DEL PATRÓN: 16 ppm aprox						
No.	Peso de aceite (mg)	Peso inicial (g)	Volumen de muestra (mL)	Peso final (g)	Concentración (mg/L)	% Recuperación
1	15,9	81,1280	1000	81,1444	16,4	103,1
2	16,8	85,8075	1000	85,8256	18,1	107,7
3	16,6	88,9435	1000	88,9617	18,2	109,6
4	16,5	85,2812	1000	85,2986	17,4	105,5
5	15,7	103,8684	1000	103,8844	16,0	101,9
6	16,3	85,8062	1000	85,8236	17,4	106,7
7	15,8	88,9441	1000	88,9612	17,1	108,2
8	16,4	103,4571	1000	103,4743	17,2	104,9
9	16,8	87,6813	1000	87,6991	17,8	106,0
10	15,7	110,6523	1000	110,6682	15,9	101,3
Promedio (X)						105,5
Desviación Estándar (S)						2,7
Porcentaje de Error (% Error)						5,5
Porcentaje de Recuperación (% recuperación)						105,5
Porcentaje Desviación Estándar Relativa (% RSD)						2,6

La siguiente tabla muestra la relación de conformidad entre los datos obtenidos y los criterios establecidos.

Característica	% Recuperación	% Error	% RSD
Criterio de aceptación (% error)	90 – 150	< 10	< 20
Valor obtenido por análisis del patrón	105,5	5,5	2,6

Es claro que el método se comporta adecuadamente en el rango evaluado y que permite cuantificarse y recuperarse la cantidad de analito que se espera sin tener una variación muy grande

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

6.4. SELECTIVIDAD

6.4.1. Recuperación

La siguiente tabla, resume los resultados obtenidos de las pruebas de recuperación. Para rango bajo se usó una muestra de agua superficial y para rango alto se usó una muestra de tipo residual domestica tal y como estaba planteado en el plan de validación.

Tipo de Muestra	% Recuperación calculado	Criterio de aceptación (% recuperación)
Cruda	104,5	90 – 107
Residual Domestica	103,9	

Se demuestra grado de ausencia de interferencias indicando que el método es selectivo, ya que se reconoce y además se permite cuantificar adiciones de estándar en concentraciones conocidas con un muy buen porcentaje de recuperación, que satisface los requisitos de validación (criterios de aceptación).

6.5. RANGO DE TRABAJO

El rango de trabajo establecido es para concentraciones de Grasas y aceites entre 16 ppm y 250 ppm.

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 Grasas y Aceites*, se obtuvieron los siguientes resultados:

Concentración	Atributo	Analista Titular	Analista Suplente	Criterio de aceptación
Blanco	Concentración promedio (ppm)	3,9	2,0	$< (LCE/2) = 8,55$
20 ppm	Recuperación (%)	102,3	103,5	80 - 120
	RSD (%)	2,4	2,5	≤ 20
250 ppm	Recuperación (%)	102,0	99,5	80 - 120
	RSD (%)	1,7	4,6	≤ 20

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

Dado el cumplimiento de los criterios de aceptación establecidos, se define que los analistas titular y suplente poseen la capacidad requerida para la realización del método de Grasas y Aceites.

7. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUA

7.1. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL BALÓN + PERLAS DE EBULLICIÓN, LIMPIO Y SECO ANTES DE LA EXTRACCIÓN, m_b

7.1.1. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad en la pesada del balón + perlas de ebullición limpio y seco antes de la extracción, m_b

La incertidumbre por repetibilidad es clasificada como de tipo A, ya que se estima a partir de repeticiones y los datos son tomados a partir de la tabla 7. La incertidumbre estándar es:

$$U_{est} (m_b) = 0,0001 \text{ g} / \sqrt{10} = 3,1623 \times 10^{-5} \text{ g}$$

La incertidumbre relativa está dada por:

$$U_{rel} (m_b) = 3,1623 \times 10^{-5} \text{ g} / 103,9079 \text{ g} = 3,0433 \times 10^{-7} \quad (7.1.1.)$$

7.1.2. Estimación la incertidumbre aportada por la balanza en la pesada del balón antes de la extracción m_b

La incertidumbre de la linealidad de la balanza en el intervalo del peso del balón está dada por:

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

Donde m_b corresponde al peso del balón con las perlas de ebullición antes de la extracción.

El peso promedio del balón con las perlas de ebullición fue de 103,908 g

$$U_{EXP} (\text{balanza}) = 1,5 \times 10^{-4} + 1,0 \times 10^{-6} (103,908 \text{ g}) = 2,5391 \times 10^{-4} \text{ g}$$

Como la incertidumbre de la balanza es expandida con un factor de cobertura de $K=2$, entonces:

$$u_{est} (m_b) = 2,5391 \times 10^{-4} \text{ g} / 2 = 1,2695 \times 10^{-4} \text{ g}$$

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

La incertidumbre relativa para la linealidad está dada por:

$$u_{rel}(m_b) = 1,2695 \times 10^{-4} \text{ g} / 103,9079 \text{ g} = 1,2218 \times 10^{-6} \text{ (7.1.2.)}$$

7.2. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE A LA MASA DEL BALÓN DESPUÉS DE REALIZAR LA EXTRACCIÓN DE LAS GRASAS Y ACEITES m_{b+GyA}

7.2.1. Estimación de la incertidumbre de la repetibilidad de la pesada del balón después de la extracción m_{b+GyA}

La incertidumbre por repetibilidad es clasificada como de tipo A, ya que se estima a partir de repeticiones y los datos son tomados a partir de la tabla 7. La incertidumbre estándar es:

$$U_{est}(m_{b+GyA}) = 0,0001 \text{ g} / \sqrt{10} = 3,1623 \times 10^{-5} \text{ g}$$

La incertidumbre relativa está dada por:

$$U_{rel}(m_{b+GyA}) = 3,1623 \times 10^{-5} \text{ g} / 103,9298 \text{ g} = 3,0427 \times 10^{-7} \text{ (7.2.1.)}$$

7.2.2. Estimación de la incertidumbre aportada por la balanza en la pesada del balón después de la extracción, m_{b+GyA}

La incertidumbre de la linealidad de la balanza en el intervalo del peso del balón está dada por:

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

Donde m_{b+GyA} corresponde al peso del balón con las perlas de ebullición más la grasa extraída por la extracción.

El peso promedio del balón con las perlas de ebullición fue de 103,9298 g

$$U_{EXP}(\text{balanza}) = 1,5 \times 10^{-4} + 1,0 \times 10^{-6} (103,9298\text{g}) = 2,5393 \times 10^{-4} \text{ g}$$

Como la incertidumbre de la balanza es expandida con un factor de cobertura de $K=2$, entonces:

$$u_{est}(m_b) = 2,5393 \times 10^{-4} \text{ g} / 2 = 1,2696 \times 10^{-4} \text{ g}$$

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

La incertidumbre relativa para la linealidad está dada por:

$$u_{rel}(m_b) = 1,2696 \times 10^{-4} \text{ g} / 103,9298 \text{ g} = 1,2216 \times 10^{-6} \quad (7.2.2.)$$

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 medido con la probeta de 1000 mL.

Para la estimación de la incertidumbre del volumen medido en la probeta se tiene en cuenta que la prueba se hace por repetibilidad (tabla 8 del formato FVM-03), por lo tanto, la incertidumbre es de tipo A.

$$U_{est}(V_{probeta}) = 3,110 \text{ g} / \sqrt{10} = 0,9834 \text{ g}$$

La incertidumbre relativa se estima utilizando el peso promedio de las mediciones con la probeta:

$$u_{rel}(V_{balón}) = 0,9834 \text{ g} / 993,04 \text{ g} = 9,904 \times 10^{-4} \quad (7.3.1.)$$

7.3.2. Estimación de la incertidumbre de la precisión de la probeta de 1000 mL usada para la medición del volumen de muestra

Para la estimación de la incertidumbre del volumen por la precisión de la probeta se tiene en cuenta la tolerancia reportada por el fabricante (en este caso es de 10 mL) y se asume una distribución rectangular para el cálculo de la incertidumbre estándar.

$$U_{est}(V_{probeta}) = 10 \text{ mL} / \sqrt{3} = 5,7735 \text{ mL}$$

La incertidumbre relativa se estima como:

$$u_{rel}(V_{probeta}) = 5,7735 \text{ mL} / 1000 \text{ mL} = 5,7735 \times 10^{-3} \quad (7.3.2.)$$

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

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

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

La temperatura reportada en la especificación del material de vidrio 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 $2,1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}$. Por lo tanto, la incertidumbre estándar debida a la diferencia de temperatura u_T es:

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

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

$$u_{rel (t)} = 7,275 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C} / 23 \text{ } ^\circ\text{C} = 3,1629 \times 10^{-4} \quad (7.3.3.)$$

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 balón + perlas de ebullición antes de la extracción (S_b)

La incertidumbre del termómetro del horno a la temperatura de secado (105 °C) está dada por:

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

Como la incertidumbre se calcula a partir del valor de un certificado se asume como una distribución normal de tipo B. La incertidumbre estándar es:

$$u_{est (S_b)} = 0,50 \text{ } ^\circ\text{C} / 2 = 0,25 \text{ } ^\circ\text{C}$$

La incertidumbre relativa se estima como:

$$u_{rel (S_b)} = 0,25 \text{ } ^\circ\text{C} / 105 \text{ } ^\circ\text{C} = 2,3809 \times 10^{-3} \quad (7.4.1.)$$

7.4.2. Estimación de la incertidumbre de la temperatura de secado del balón después de la extracción (S_{b+GyA})

La incertidumbre del termómetro del horno a la temperatura de secado (105 °C) está dada por:

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

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

Como la incertidumbre se calcula a partir del valor de un certificado se asume como una distribución normal. La incertidumbre estándar es:

$$u_{est} (S_b + G_{yA}) = 0,50 \text{ } ^\circ\text{C} / 2 = 0,25 \text{ } ^\circ\text{C}$$

La incertidumbre relativa se estima como:

$$u_{rel} (S_b + G_{yA}) = 0,25 \text{ } ^\circ\text{C} / 105 \text{ } ^\circ\text{C} = 2,3809 \times 10^{-3} \text{ (7.4.2.)}$$

7.5. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL PROCESO DE ANÁLISIS REALIZADO POR EL ANALISTA

7.5.1. Repetibilidad de las mediciones de Grasas y Aceites realizadas por el analista (A)

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

CONCENTRACIÓN APROXIMADA (mg/L)	% RECUPERACIÓN TEÓRICO (mg/L)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR (%)	% RECUPERACIÓN EXPERIMENTAL PROMEDIO	INCERTIDUMBRE ESTÁNDAR	INCERTIDUMBRE RELATIVA
20	100	2,0	105,4	0,632	6,00E-03
100	100	8,5	103,2	2,272	2,20E-02
250	100	4,6	100,8	1,229	1,22E-02

Para la estimación de la incertidumbre de las mediciones realizadas por el analista, se tendrá en cuenta la desviación estándar obtenida a 100 mg/L; ya que es la incertidumbre más alta reportada en el proceso de validación.

La incertidumbre estándar para esta medida es de:

$$u_{(A)} = 8,5 / \sqrt{14} = 2,272 \text{ } \%$$

La incertidumbre relativa para la repetibilidad de las mediciones de Grasas y Aceites realizadas por el analista es:

$$u_{(uA/A)} = 2,272 \text{ } \% / 103,2\% = 2,20 \times 10^{-2} \text{ (7.5.1.)}$$

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

7.6. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE CORRESPONDIENTE AL TIEMPO DE EXTRACCIÓN DE LA MUESTRA

7.6.1. Tiempo de extracción de la muestra (T_{ext})

Para el cálculo de la incertidumbre debida a la repetibilidad del tiempo de extracción de la muestra en el equipo soxhlet, se consideran los siguientes datos:

Nido No.	Tiempo requerido para hacer 1 ciclo de extracción de grasas (seg)					Tiempo requerido para hacer 80 ciclos de extracción de grasas (horas)	Incertidumbre estándar (seg)	Incertidumbre relativa
	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Promedio	Desviación estándar			
3	210,00	201,00	197,00	202,67	6,6583	4,5	3,844	1,897E-02
2	194,00	201,00	217,00	204,00	11,7898	4,5	6,807	3,337E-02
4	166,00	169,00	171,00	168,67	2,5166	3,7	1,453	8,614E-03

Para la estimación de la incertidumbre de la repetibilidad del tiempo de extracción, se tendrá en cuenta la desviación estándar obtenida para el nido 2; ya que es la incertidumbre más alta reportada en el proceso de validación

Para un promedio de 204,00 segundos y una desviación estándar de 11,7898 segundos, teniendo en cuenta que es una incertidumbre tipo A:

La incertidumbre estándar para esta medida es de:

$$u_{(A)} = 11,7898 / \sqrt{3} = 6,807 \text{ segundos}$$

La incertidumbre relativa para la repetibilidad del tiempo de extracción de la muestra es:

$$u_{(u/v)} = 11,7898 \text{ segundos} / 204 \text{ segundos} = 3,337 \times 10^{-2} \quad (7.6.1.)$$

8. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE GRASAS Y ACEITES EN AGUA

8.1. Estimación de la incertidumbre relativa combinada

La incertidumbre relativa combinada correspondiente a la medición de Grasas y Aceites se obtiene al combinar las incertidumbres relativas individuales de cada una de las contribuciones, para esto se aplica

 ECOCHEMICAL S.A.S	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

los lineamientos establecidos en el numeral 6.6. del procedimiento PRT-03 Procedimiento para la estimación de la Incertidumbre.

Valor estimado de la incertidumbre relativa combinada para el método de medición de Grasas y Aceites= 0.0405

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 Grasas y Aceites utilizando el método de extracción Soxhlet 5520 D. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23 rd Edition (2012); para concentraciones entre 16 mg/L y 250 mg/L en el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S. es:

$$U_{S.D.T.} = 0,0405 * 2 = 0,081 = 8,1\%$$

	ECOCHEMICAL S.A.S		CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES		VERSIÓN 01
			FECHA 24/09/2020

ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE DUREZA TOTAL 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 $u(x_i)/x_i$	$u(x_i)^2$
1. Peso inicial del balón										
Calibración de la balanza (peso inicial)	103,908	g	Certificado	2,54E-04	g	B,normal, K=2	1,27E-04	g	1,22E-06	1,49E-12
Repetibilidad del peso inicial	103,908	g	Mediciones	1,00E-04	g	A,normal K=10	3,16E-05	g	3,04E-07	9,26E-14
1. Peso final del balón+grasa										
Calibración de la balanza (peso final)	103,93	g	Certificado	2,54E-04	g	B,normal, K=2	1,27E-04	g	1,22E-06	1,49E-12
Repetibilidad del peso final	103,93	g	Mediciones	1,00E-04	g	A,normal K=10	3,16E-05	g	3,04E-07	9,26E-14
3. Medición del volumen de muestra en probeta de 1000 mL										
Repetibilidad de la medición del volumen	993,04	mL	Mediciones	3,11	mL	A,normal K=10	9,84E-01	mL	9,90E-04	9,81E-07
Precisión probeta de 1000 mL	1000	mL	Certificado	10	mL	B,rect K=raiz(3)	5,77E+00	mL	5,77E-03	3,33E-05
Diferencia de temperatura	23,0	° C	Calculada	1,26E-02	° C	A,rect K=raiz(3)	7,28E-03	mL	3,16E-04	1,00E-07
4. Temperatura de secado del balón										
Temperatura del homo-secado inicial	105	° C	Certificado	0,5	° C	B,normal, K=2	0,25	° C	2,38E-03	5,67E-06
Temperatura del homo-secado final	105	° C	Certificado	0,5	° C	B,normal, K=2	0,25	° C	2,38E-03	5,67E-06
5. Medición de concentración de Grasas y/o Aceites por parte del analista										
Repetibilidad de mediciones	103,2	mg/L	Mediciones	8,5	mg/L	A,normal K=14	2,2717	mg/L	2,20E-02	4,85E-04
6. Tiempo de extracción de la muestra										
Repetibilidad de mediciones	204	segundos	Mediciones	11,79	segundos	A,normal K=3	6,8068	mg/L	3,34E-02	1,11E-03

u (mg/L) = k * Incertidumbre relativa combinada	Incertidumbre relativa combinada	0,0405
	Incertidumbre expandida K=2	0,081

	ECOCHEMICAL S.A.S	CÓDIGO IFV – 05
	INFORME FINAL DE VALIDACIÓN GRASAS Y/O ACEITES	VERSIÓN 01
		FECHA 24/09/2020

*La incertidumbre para una concentración dada de Grasas y Aceites en un rango entre 16 mg /L y 250 mg/L es = 0,081 * C*

C = Concentración de Grasas y Aceites en mg/L medida para la muestra.

9. DECLARACIÓN DE IDONEIDAD DEL MÉTODO

Luego de evaluar los resultados obtenidos en la validación del método PT7-05 en el Laboratorio de Calidad de Aguas – ECOCHEMICAL S.A.S, "Grasas y Aceites" método de Extracción Soxhlet (Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23rd Edition 5520 D); se aprueba y se libera el uso de este método en el Laboratorio de calidad de aguas ECOCHEMICAL S.A.S., para un rango de trabajo entre 16 mg /L y 250 mg /L.

Fecha: Septiembre 24 de 2020.

Analista Titular: Mauricio Londoño Figueroa

Analista Suplente: Kevin Ortegón

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

10. ANEXOS

Anexo 1. FVM 03-01 Cálculos de validaciones e incertidumbres de la técnica para la determinación de Grasas y Aceites.