

## 1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de la demanda química de oxígeno en agua según el método SM5220C, con el fin de generar resultados confiables de acuerdo a las condiciones del laboratorio de calidad ambiental del IDEAM.

## 2. ALCANCE

Este método de análisis aplica a muestras de aguas superficiales en un rango de 10 – 1000 mgO<sub>2</sub>/L, establecido en dos rangos, a saber: Rango bajo hasta 200 mgO<sub>2</sub>/L y rango alto hasta 1000 mgO<sub>2</sub>/L.

En la tabla 1 se observan los resultados obtenidos en la confirmación del método:

**Tabla 1. Resultados de la confirmación del Método**

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I016			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 27-07-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	N.A		
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	N.A		
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	10	mg O <sub>2</sub> /L	
PRECISIÓN	4	%	Nivel de concentración bajo, 20 mg O <sub>2</sub> /L
	2	%	Nivel de concentración medio, 500 mgO <sub>2</sub> /L
	1	%	Nivel de concentración alto, 900 mg O <sub>2</sub> /L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	1,7	%	Nivel de concentración bajo, 20 mg O <sub>2</sub> /L
	2,0	%	Nivel de concentración medio, 500 mgO <sub>2</sub> /L
	2,5	%	Nivel de concentración alto, 900 mg O <sub>2</sub> /L
	3,78	%	Mc, muestra CALA
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	10-1000	mg O <sub>2</sub> /L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	10-1000	mg O <sub>2</sub> /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	98	%	Nivel de concentración rango bajo
	92	%	Nivel de concentración rango alto

## 3. DEFINICIONES:

**DQO**= Demanda Química de Oxígeno.  
**mg O<sub>2</sub>/L**= miligramos de Oxígeno por litro.  
**LCM**= Límite de cuantificación del método  
**s** = Desviación estándar  
**N**= Normalidad  
**CV**= Coeficiente de Variación  
**FAS**= Sulfato Ferroso Amoniacal  
**Conc**= Concentración  
**Dil**= Dilución  
**Aprox**= Aproximadamente

#### 4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis, revisar el Manual E-SGI-ST-M001 Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo y las hojas de seguridad de los reactivos.

Utilizar los implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el instructivo: bata, guantes para laboratorio, respirador para ácidos, gafas protectoras y zapatos antideslizantes.

La solución de digestión contiene sustancias tóxicas como dicromato de potasio y sulfato de mercurio, por lo que exige manipular usando todos los elementos de seguridad debidos.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratarán de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis.

**Nota IMPORTANTE:** En el momento de adicionar el reactivo de ácido sulfúrico a los tubos de ensayo es obligatorio usar una careta de seguridad.

#### 5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

##### 5.1. Equipos

- Bureta digital
- Agitador magnético
- Balanza analítica
- Microdigestor para micro DQO
- Dosificador digital
- Vórtex

##### 5.1.1. Verificación de equipos

Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligenciar el control diario de manejo del equipo; formato M-S-LC-F007.

##### 5.2. Reactivos

Solicitar los reactivos y materiales necesarios para el desarrollo del análisis mediante el formato M-S-LC-F039.

##### 5.2.1. Preparación de soluciones

Registrar las soluciones preparadas en el formato M-S-LC-F064 Control de preparación de soluciones. Rotular cada frasco con la etiqueta de código M-S-LC-F014.

- **Agua Tipo I**
- **Rango bajo, Solución de Digestión, 0,0167M ó 0,1 N:** Secar a 150°C durante 2 horas, dicromato de potasio,  $K_2Cr_2O_7$  con pureza superior al 99.5%. En un vaso de 1000 mL disolver 4,913 g del dicromato de potasio anhidro, en unos 500 mL de agua Tipo I, agregar muy lentamente 167 mL de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) concentrado y 33,3 g de sulfato mercúrico ( $HgSO_4$ ) grado reactivo, agitar con varilla de vidrio hasta que se disuelva y esperar que se enfríe a temperatura ambiente; completar en balón volumétrico de 1000 mL. Almacenar en botella ámbar a temperatura ambiente.
- **Rango alto, Solución de Digestión, 0,04175 M ó 0,25 N:** Secar a 150°C durante 2 horas, dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) con pureza superior al 99.5%. En un vaso de 1000 mL disolver 12,2825 g del dicromato de potasio anhidro, en 500 mL de agua Tipo I, adicionar muy lentamente 167 mL de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) concentrado y 33,3 g de sulfato mercúrico ( $HgSO_4$ ) grado reactivo, esperar a que se disuelva y dejar enfriar a

temperatura ambiente; llevar a volumen en balón volumétrico de 1000 mL. Almacenar en botella ámbar a temperatura ambiente.

- **Reactivo de Ácido Sulfúrico:** Preparar por lo menos con una semana de anticipación. Agregar sulfato de plata ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ), grado reactivo, en cristales o en polvo, a una cantidad de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado en proporción de 5,5 g de  $\text{Ag}_2\text{SO}_4/\text{kg H}_2\text{SO}_4$  (aproximadamente 545 mL de ácido). Para fines prácticos preparar 2.5 L, adicionando 25,2294 g de  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  a una botella de 2,5 L de ácido sulfúrico concentrado (como viene en la presentación del 98% de pureza). Dejar en reposo una semana para que se disuelva el  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ . Una vez disuelto, transferir cuidadosamente al dispensador digital.
- **Solución Indicadora de Ferroína:** Disolver 1,485 g de 1,10-fenantrolina monohidratada y 0,695 g de sulfato ferroso heptahidratado ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) en agua tipo I y llevar a volumen en balón de 100 mL. Almacenar a temperatura ambiente en frasco de vidrio o de plástico. Usar este indicador mediante frasco gotero. Diluir este reactivo por un factor de 5 (1+4).
- **Biftalato Ácido de Potasio (KHP) Estándar 500 mg/L, rango bajo:** Triturar ligeramente y secar biftalato de potasio ( $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$ ) a  $110^\circ\text{C}$  hasta peso constante. Disolver 0,2125 g de biftalato de potasio en agua tipo I y llevar a volumen en un volumétrico de 500 mL. La solución tiene una DQO teórica de 500 mg  $\text{O}_2/\text{L}$ . La solución es estable por tres meses si se conserva refrigerada; se debe verificar la presencia de crecimiento biológico, y en caso afirmativo descartarla.
- **Biftalato Ácido de Potasio (KHP) Estándar 5000 mg/L, rango alto:** Triturar ligeramente y secar biftalato de potasio ( $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$ ) a  $110^\circ\text{C}$  hasta peso constante. Disolver 2,125 g de biftalato de potasio en agua tipo I y llevar a volumen en un volumétrico de 500 mL. La solución tiene una DQO teórica de 5000 mg  $\text{O}_2/\text{L}$ . La solución es estable por tres meses si se conserva refrigerada; se debe verificar la presencia de crecimiento biológico, y en caso afirmativo descartarla.
- **Solución Titulante de Sulfato Ferroso Amoniacal Hexahidratado FAS [ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ], aproximadamente 0,04 N o 0,04M, rango bajo:** Disolver 15,6856 g de FAS en agua Tipo I. Adicionar 20 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado grado reactivo de forma lenta, dejar enfriar y completar en balón volumétrico de 1000 mL. Valorar la solución diariamente con la solución de digestión de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ .
- **Solución Titulante de Sulfato Ferroso Amoniacal Hexahidratado FAS [ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ], aproximadamente 0,1 N, rango alto:** Disolver 39,2140 g de FAS en agua Tipo I. Adicionar 20 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado grado reactivo de forma lenta, dejar enfriar y completar en balón volumétrico de 1000 mL. Valorar la solución cada vez que se va a utilizar con la solución de digestión de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ .

## 5.2.2. Preparación de estándares

### 5.2.2.1. Procedimiento de preparación de estándares

A partir de las soluciones patrón de KHP, preparar los estándares intermedios en las concentraciones indicadas en la Tabla 4

**Tabla 2. Preparación de estándares**

Estándares	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)
Estándar de 200 mg/L	5000	2	50
Estándar de 100 mg/L	500	10	
Estándar de 50 mg/L	500	5	
Estándar de 10 mg/L	100	5	

### 5.2.2.2. Preparación de matriz fortificada

Incluir una muestra fortificada y su duplicado con cada lote. Las concentraciones se indican en la Tabla 3.

**Tabla 3. Estándares para matriz fortificada**

Matriz fortificada (LFM)	Solución intermedia (mg/L)	Volumen alícuota (mL)	Volumen final (mL)	Concentración de la adición (mg/L)
Matriz fortificada rango bajo	500	2,5	50	25
Matriz fortificada rango alto	5000	2,0		200

### 5.3. Materiales

- Balones aforados clase A de 50, 100, 500 y 1000 mL.
- Erlenmeyers de 125 mL.
- Pipetas aforadas clase A de 2, 2,5, 5, 6, 10, 20 y 25 mL.
- Pipetas graduadas de 5 y 10 mL.
- Probetas vidrio de 50 mL.
- Transferpipeta 5 mL
- Pipeta Pasteur.
- Microespátula.
- Tubos de digestión, de vidrio borosilicato, de 16 × 150 mm, con tapa rosca con empaque de teflón, que soporten temperaturas hasta de 200°C.

### 6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Los compuestos alifáticos volátiles de cadena lineal no se oxidan en cantidad apreciable, en parte debido a que están presentes en la fase de vapor y no entran en contacto con el líquido oxidante; tales compuestos se oxidan más efectivamente cuando se agrega  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  como catalizador. Sin embargo, éste reacciona con los iones cloruro, bromuro y yoduro produciendo precipitados que son oxidados parcialmente.


Las dificultades causadas por la presencia de los haluros pueden superarse en buena parte, aunque no completamente por acomplejamiento antes del proceso de reflujo con sulfato de mercurio ( $\text{HgSO}_4$ ), que forma el haluro mercuríco correspondiente, muy poco soluble en medio acuoso. Si bien se especifica 1 g de  $\text{HgSO}_4$  para 50 mL de muestra, se puede usar una menor cantidad mientras se mantenga una relación  $\text{HgSO}_4$ : Cl<sup>-</sup> de 10:1, cuando la concentración de cloruro sea menor de 2000 mg/L. La técnica no se debe usar para muestras que contengan más de 2000 mg de Cl<sup>-</sup>/L; existen otros procedimientos diseñados para determinar la DQO en aguas salinas.

El nitrito ( $\text{NO}_2^-$ ) tiene una DQO de 1,1 mg de  $\text{O}_2$ /mg de  $\text{NO}_2^-$ -N, y como las concentraciones de  $\text{NO}_2^-$  en aguas rara vez son mayores de 1 o 2 mg  $\text{NO}_2^-$ -N/L, esta interferencia es considerada insignificante y usualmente se ignora. Para evitar una interferencia significativa debida al  $\text{NO}_2^-$ , agregar 10 mg de ácido sulfámico por cada mg de  $\text{NO}_2^-$ -N presente en el volumen de muestra usado; agregar la misma cantidad de ácido sulfámico al blanco de agua destilada.

Las especies inorgánicas reducidas, tales como ión ferroso, sulfuro, manganeso, etc., se oxidan cuantitativamente bajo las condiciones de la prueba; para concentraciones altas de estas especies, se pueden hacer las correcciones al valor de DQO obtenido, según los cálculos estequiométricos en caso de conocer su concentración inicial.

#### 6.1 Condiciones ambientales

El equipo opera a un rango de temperatura de 15°C a 40°C y a una humedad relativa máxima del 80%.

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO.</b>	Código: M-S-LC-I016
	<b>DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO</b>	Versión : 03
	<b>CERRADO Y VOLUMETRÍA S.M. 5220 C</b>	Fecha: 21/10/2020
		Página: 5 de 11

## 7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente tabla.

**Tabla 4. Control de calidad método SM 5220 C**

Calibración o estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del método (MB)	Blanco fortificado en laboratorio (LFB)	Duplicado	Matriz fortificada en laboratorio (LFM)	Duplicado matriz fortificada en laboratorio (LFMD)	Otro
-	-	X	X	X	X	X	1,2,3

Tomado del SM Tabla 5020: I (1. Pautas adicionales de control de calidad en el método), (2. Se ejecutarán duplicados de la muestra) (3. Consultar 5020B del SM para más Requisitos de control de calidad).

- Los blancos con digestión son blancos de método y el valor promedio se resta de cada muestra analizada en el lote correspondiente.
- Analizar todas las muestras, estándares, matrices fortificadas por duplicado. El porcentaje de diferencia relativa (RPD) de los duplicados no debe ser mayor al 5%.
- Definir el tamaño máximo del lote de acuerdo con la capacidad de los termo reactores.
- Incluir los blancos fortificados de 50 y 200 mg O<sub>2</sub>/L para el rango bajo y de 100 y 500 mgO<sub>2</sub>/L para el rango alto, con cada lote de muestras y evaluar los resultados con los límites determinados en cada carta de control.
- El criterio de aceptación de recuperación de la matriz fortificada es de 80 a 120%. Limitar el volumen de adición al 5% o menos del volumen de la muestra.
- Registrar los resultados de cada QC en las cartas de control graficando el valor promedio diario de la concentración de los controles. Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revisar todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de los límites de control debe ser reexaminado y si es necesario, repetir el análisis de todo el grupo de muestras. No realizar más análisis hasta verificar que sucede; comunicar anomalía al líder de Físico –Química. Revisar e iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el líder lo autorice.
- Tomar las acciones respectivas en el caso que se presenten tendencias de datos en la carta de control, de acuerdo con lo definido en el M-S-LC-I051 Instructivo de Aseguramiento de Calidad Analítica.

## 8. DESARROLLO

### 8.1. Principio

Demanda Química de Oxígeno (DQO) determina la cantidad de oxígeno requerido para oxidar la materia orgánica en una muestra de agua, bajo condiciones específicas de agente oxidante, temperatura y tiempo.

En este método las sustancias orgánicas e inorgánicas oxidables presentes en la muestra se oxidan mediante reflujo cerrado en solución fuertemente ácida (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) con un exceso de dicromato de potasio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) en presencia de sulfato de plata (Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) que actúa como agente catalizador, y de sulfato mercuríco (HgSO<sub>4</sub>) adicionado para eliminar la interferencia de los cloruros. Después de la digestión, el K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> remanente se titula con sulfato ferroso amoniacal para determinar la cantidad de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> consumido. La materia orgánica se calcula en términos de oxígeno equivalente.

Para muestras de un origen específico, la DQO se puede relacionar empíricamente con la DBO, el carbono orgánico o la materia orgánica.

## 8.2. Toma y preservación de la muestra

Recolectar las muestras en botellas de plástico o de vidrio. Preservar la muestra en campo a un pH <2 por adición de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado y mantener refrigerada hasta el momento del análisis. El tiempo máximo de vida útil de la muestra es de veintiocho (28) días.

Las muestras que contengan sólidos sedimentables deben mezclarse muy bien antes de tomar la alícuota para análisis a fin de homogenizar y obtener una muestra representativa.

Este parámetro generalmente es utilizado para control de la toma de muestras de agua, con el llamado adicionado en campo.

## 8.3. Limpieza de vidriería y material de campo

Remitirse al instructivo M-S-LC-I015 relacionado con el lavado de material. Utilizar la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad.

## 8.4. Ejecución de la técnica

Solicitar las muestras mediante el formato M-S-LC-F011 y dejar aclimatar.

### 8.4.1. Tratamiento de la Muestra

- Todas las muestras se analizan inicialmente con el rango bajo, por tanto la solución de digestión es de concentración 0,1 N. Si para una o varias de ellas el valor de DQO sobrepasa el rango de lectura, proceder con el rango alto en otro lote, utilizando solución de digestión de concentración 0,25 N.
- **Blancos:** Preparar seis (6) tubos como blancos por cada rango. Servir 2,5 mL de agua ultrapura en un tubo de digestión, adicionar 1,5 mL de solución de digestión y 3,5 mL de reactivo de ácido sulfúrico, el cual **debe** ser dispensado lentamente por la pared del tubo.
- Agitar vigorosamente la muestra, transferir a un tubo de digestión 2,5 mL de muestra, agregar 1,5 mL de solución de digestión y 3,5 mL de reactivo de ácido sulfúrico por la pared del tubo de tal manera que se forme una capa de ácido sulfúrico en el fondo del tubo.
- Tapar herméticamente, agitar varias veces utilizando un agitador tipo Vórtex: Si en este punto la muestra presenta coloración verdosa o azul, es indicador que el valor de DQO sobrepasa el rango de lectura, por lo que se debe iniciar con un nuevo lote utilizando dicromato de potasio 0,25 N.
- Cuando la muestra corresponda a un adicionado de campo, recordar medir el volumen de la muestra adicionada **antes** de iniciar el análisis, registrar la información en la toma de datos y también en el envase.

### 8.4.2. Digestión de la Muestra

- Encender el termo reactor con suficiente anticipación para que éste alcance una temperatura de 150 °C, para colocar las muestras.
- Colocar a digerir tres (3) blancos en el lote y reservar los otros tres (3) blancos sin digerir, para valorar la concentración del FAS.
- Colocar los tubos con las muestras, los blancos para digestión, los blancos fortificados, la matriz fortificada y todos los duplicados en el termo reactor precalentado a 150°C. Esperar a que se establezca la temperatura en 150°C e iniciar la contabilización de digestión por 2 horas.
- Terminado el tiempo de digestión, sacar los tubos y colocarlos en una gradilla para que se enfríen a temperatura ambiente.

- Transferir cuantitativamente el contenido de cada tubo a un erlenmeyer marcado con el número de muestra, blanco o control. Usar agua Tipo I para enjuagar los tubos.

**PRECAUCIÓN:** Usar la careta de seguridad y guantes gruesos para proteger las manos del calor producido al mezclar el contenido de los tubos, mezclar bien antes de aplicar calor, para prevenir el calentamiento local en el fondo del tubo y una posible reacción explosiva.

#### 8.4.3. Valoración del titulante.

- **Valoración del FAS:** Tomar cada uno de los blancos no digeridos, transferirlos cuantitativamente a erlenmeyer de 125 mL, enjuagando el tubo varias veces con agua Tipo I y vertiendo el contenido en el erlenmeyer.
- Adicionar 5 gotas de indicador de ferroina, mezclar rápidamente con el agitador magnético.
- Titular con el FAS aprox 0,04 N (para rango bajo de 0,10 N) o FAS aprox. 0,10 N (para rango alto de 0,25N). El punto final de la titulación es el cambio de color de azul verdoso a café rojizo permanente.
- Realizar el cálculo de la concentración de FAS y registrar en formato Captura de datos Volumetría.

$$\text{Normalidad del FAS} = \frac{\text{Volumen (K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \times \text{Normalidad (K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{\text{Volumen (FAS) promedio}}$$

Donde:

**Volumen (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)** = 1,5 mL

**Normalidad (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)**=: 0,10 N ó 0,25 N

**Volumen (FAS) promedio** =mL, promedio aritmético del volumen utilizado en la titulación de los blancos.

#### 8.4.4. Titulación de muestras

##### 8.4.4.1. Titulación de Blancos digeridos

- Tomar cada uno de los blancos digeridos, transferirlos cuantitativamente a erlenmeyer de 125 mL, enjuagando el tubo varias veces con agua Tipo I y vertiendo el contenido en el erlenmeyer.
- Adicionar 5 gotas de indicador de ferroina, mezclar rápidamente con el agitador magnético.
- Titular con el FAS aprox. 0,04 N (para rango bajo de 0,10 N) o FAS aprox. 0,10 N (para rango alto de 0,25N). El punto final de la titulación es el cambio de color de azul verdoso a café rojizo permanente
- Registrar el valor de volumen de FAS en el formato captura de datos de volumetría con código M-S-LC-F012. Expresar el valor hasta en cuatro cifras significativas, tres cifras decimales.

##### 8.4.4.2 Titulación de Muestras:

- Tomar cada una de las muestras, los blancos fortificados, la matriz fortificada y sus duplicados, transferirlos cuantitativamente a erlenmeyer de 125 mL, enjuagando el tubo varias veces con agua Tipo I y vertiendo el contenido en el erlenmeyer, e iniciar la titulación.
- Adicionar 5 gotas de indicador de ferroina, mezclar rápidamente con el agitador magnético.
- Titular con el FAS aprox. 0,04 N (para rango bajo de 0,10 N) o FAS aprox. 0,10 N (para rango alto de 0,25N). El punto final de la titulación es el cambio de color de azul verdoso a café rojizo permanente.

**Nota:** Si al adicionar el indicador de ferroina la muestra toma un color rojizo permanente, significa que todo el dicromato ha sido consumido, por lo tanto, es necesario utilizar el dicromato más concentrado. Si este también

es consumido, se debe diluir la muestra. En este caso, registrar la dilución en el formato captura de datos de volumetría código M-S-LC-F012 en la columna **FD**.

- Registrar el volumen de titulación **B = Volumen (en mL) de FAS que se gastó para la muestra**. Expresar el valor hasta en cuatro cifras significativas, tres cifras decimales.

### 8.5. Formatos

Formato entrega de muestras analistas M-S-LC-F011

Formato Solicitud de reactivos, vidriería y materiales M-S-LC-F039

Formato Control de preparación de soluciones M-S-LC-F064

Formato Rótulos de reactivos M-S-LC-F014

Formato Control diario de manejo del equipo; formato M-S-LC-F007

Formato Carta control exactitud MS-LC-F055

Formato Carta control precisión MS-LC-F056

Formato Cartas de control recuperación y duplicados MS-LC-F057

Formato Captura de datos de volumetría M-S-LC-F012

Formato Solicitud de lavado de material M-S-LC-F003

### 8.6. Cálculo de Resultados

#### 8.6.1. Rechazo de datos para los 3 blancos con digestión:

Calcular el valor de dispersión  $T$  para los valores extremos de cada grupo (máximo y mínimo), calcular el promedio y la desviación estándar.

$$T_{\text{paravalor alto}} = \frac{(X_{\text{alto}} - X_{\text{promedio}})}{s}$$

$$T_{\text{paravalor bajo}} = \frac{(X_{\text{promedio}} - X_{\text{bajo}})}{s}$$

Si el  $T$  calculado es mayor que 1,15 ( $T$  de tablas para 3 datos y nivel de confianza del 95%), el dato se rechaza y sólo se permite rechazar un dato.

Calcular el valor promedio. Éste será el Valor **A: Volumen promedio (en mL) de FAS que se gastó para los blancos digeridos**.

#### 8.6.2. Cálculo de resultados

- Realizar los cálculos por medio de la siguiente ecuación:

$$\text{DQO como mg O}_2/\text{L} = \frac{(A - B) \times N \times 8 \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde:

**A** = Volumen promedio (en mL) de FAS que se gastó para los blancos digeridos

**B** = Volumen (en mL) de FAS que se gastó para la muestra

**N** = Normalidad del FAS

**8** = Peso equivalente del Oxígeno.

Es recomendable utilizar hoja de cálculo Excel para esta actividad.





**INSTRUCTIVO DE ENSAYO.  
DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO POR REFLUJO  
CERRADO Y VOLUMETRÍA S.M. 5220 C**

Código: M-S-LC-I016

Versión : 03

Fecha: 21/10/2020

Página: 9 de 11

- Realizar el redondeo final a número entero, de acuerdo con lo contenido a este respecto en el Instructivo de Aseguramiento de Calidad Analítica M-S-LC-I051.
- Realizar el cálculo de los RPD de cada muestra y de acuerdo con el cumplimiento de lo establecido en el numeral 7 de este instructivo, calcular el valor promedio por cada muestra, blanco fortificado, fortificado y su duplicado.
- Registrar el valor promedio en el formato captura de datos de volumetría con código M-S-LC-F012.
- Cuando el resultado de un análisis sea menor que 10 mg O<sub>2</sub>/L, registrar en el formato el valor como < 10 mg O<sub>2</sub>/L.
- Registrar los valores de los controles analíticos en las cartas de control y tomar las medidas necesarias de acuerdo con los resultados.

### 8.6.3. Actividades finales

- Depositar los residuos en la caneca correspondiente.
- Preparar el material para el lavado y hacer la solicitud diligenciando el formato de solicitud M-S-LC-F003.
- Diligenciar el registro de control de análisis con la fecha de realización.
- Registrar la correlación de datos MATERIA ORGÁNICA.

## 9. DIAGRAMA

Ver anexo 1

## 10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 5220 C. 23 ed., New York, 2017.

- Verificación y auditoría de datos analíticos
- Aseguramiento de control de calidad analítica

## 11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	20/11/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI
02	01/08/2018	Se actualiza el documento de acuerdo a la edición 23 del Standard Methods y a la confirmación del método. Elaborado por Liliana Caicedo.
03	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.

ELABORÓ: <b>Liliana Caicedo González</b> Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	REVISÓ: <b>Carlos Martín Velásquez Ramírez</b> Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	APROBÓ: <b>Nelson Omar Vargas Martínez</b> Subdirector de Hidrología
---	---	--

ANEXO 1. Diagrama

