**6.5.1.7.2.** Fecha de entrega: Se coloca la fecha en que el analista entregó la orden de análisis de laboratorio con todos los resultados solicitados.

**6.5.1.8.** Biodiversidad

**6.5.1.8.1.** Firma de recibido: El analista debe firmar en esta sección cuando se le entrega la orden FMT-AMSA-02-008. Orden de Análisis de Laboratorio: MACROINVERTEBRADOS.

**6.5.2.** Si no corresponde generar una orden de laboratorio a un área en particular, se debe tachar el espacio, para evitar que queden espacios vacíos en el cuaderno de recepción.

## 7. Referencias y/o Bibliografía

**7.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**7.2.** Environment Protection Authority (EPA). (2007). *EPA Guidelines. Regulatory monitoring and testing water and wastewater sampling.* Adelaide: EPA.

## 8. Anexos

**8.1.** Anexo 1. Tipo de recipiente, método de preservación y tiempo recomendado de retención (días) de muestras para cada parámetro evaluado en el Laboratorio.

| Parámetro | Tipo de recipiente | Tipo de muestra | Vol. mínimo de muestra (ml.) | Preservación física | Preservación química | Tiempo máximo de almacenamiento (días) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Amonio | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 500 | ≤ 6°C | $H_2SO_4$ pH≤ 2 | 28 |
| Cianuro total | Plástico o Vidrio enjuagado con ácido | simple o compuesta | 50 | ≤ 6°C y oscuridad | NaOH pH≥ 12 | 1 |
| Cloro residual | Plástico o Vidrio | simple | 500 | ≤ 6°C | No requiere | 0.2 |
| Clorofila | Plástico o Vidrio | simple | 500 | Sin filtrar ≤ 6°C, oscuridad. En filtro -20°C, oscuridad | No requiere | 2 |
| Cloruros | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 50 | ≤ 6°C | No requiere | 28 |

| Parámetro | Tipo de recipiente | Tipo de muestra | Vol. mínimo de muestra (mL) | Preservación física | Preservación química | Tiempo máximo de almacenamiento (días) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Coliformes Fecales | Plástico, Vidrio o Bolsa Whirlpack Estéril | simple | 100 | ≤ 6°C | Eliminación cloro agregar 0.1mL de $Na_2S_2O_3$ 10% | 1 |
| Coliformes totales | Plástico, Vidrio o Bolsa Whirlpack Estéril | simple | 100 | ≤ 6°C | Eliminación cloro agregar 0.1mL de $Na_2S_2O_3$ 10% | 1 |
| Color | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 500 | ≤ 6°C | No requiere | 2 |
| Compuestos orgánicos (ej. Pesticidas) | Vidrio ámbar | simple | 100 | ≤ 6°C | No requiere | 2 |
| Compuestos orgánicos extraídos (ej. Pesticidas) | Tubo de extracción | N/A | N/A | ≤ 6°C | No requiere | 40 |
| Conductividad | Plástico | *in situ* o simple | 100 | ≤ 6°C | No requiere | 1 |
| Cromo hexavalente | Plástico o Vidrio enjuagado con ácido | simple o compuesta | 50 | ≤ 6°C | No requiere | 28 |
| Demanda bioquímica del oxígeno | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 1000 | ≤ 6°C | No requiere | 2 |
| Demanda química del oxígeno | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 100 | ≤ 6°C | $H_2SO_4$ pH≤ 2 | 28 |
| Dureza | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 100 | ≤ 6°C | $HNO_3$ ó $H_2SO_4$ pH≤ 2 | 180 |
| *Escherichia coli* | Plástico, Vidrio o Bolsa Whirlpack Estéril | simple | 100 | ≤ 6°C | Eliminación cloro agregar 0.1mL de $Na_2S_2O_3$ 10% | 1 |

| Parámetro | Tipo de recipiente | Tipo de muestra | Vol. mínimo de muestra (mL) | Preservación física | Preservación química | Tiempo máximo de almacenamiento (días) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Feofitina | Plástico o Vidrio | simple | 500 | Sin filtrar ≤ 6°C, oscuridad. En filtro -20°C, oscuridad | No requiere | 2 |
| Fitoplancton | Plástico o Vidrio | simple | 100 | ≤ 6°C y oscuridad | Solución de Lugol hasta llegar a una concentración de 3-7% | 28 |
| Fosfatos | Vidrio enjuagado con ácido | simple | 100 | ≤ 6°C | No requiere | 2 |
| Fósforo total | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 100 | ≤ 6°C | $H_2SO_4$ pH≤ 2 | 28 |
| Grasas y aceites | Vidrio boca ancha | simple | 1000 | ≤ 6°C | $H_2SO_4$ o HCl pH≤ 2 | 28 |
| Macroinvertebrados bénticos acuáticos | Plástico | simple | N/A | ≤ 6°C | Alcohol etílico ≥ 95% hasta alcanzar una concentración de 70-80% | 28 |
| Mercurio total | Plástico o Vidrio enjuagado con ácido | simple o compuesta | 40 | ≤ 6°C | $HNO_3$ pH≤ 2 | 28 |
| Metales | Plástico o Vidrio enjuagado con ácido | simple o compuesta | 40 | ≤ 6°C | $HNO_3$ pH≤ 2 | 180 |
| Microcystinas Disueltas | Vidrio | simple | 500 | ≤ 6°C, oscuridad | No requiere | 1 |
| Microcystinas Totales | Vidrio | simple | 500 | -20°C, oscuridad | No requiere | 28 |
| Nitratos | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 100 | ≤ 6°C | No requiere | 2 |

| Parámetro | Tipo de recipiente | Tipo de muestra | Vol. mínimo de muestra (mL) | Preservación física | Preservación química | Tiempo máximo de almacenamiento (días) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Nitritos | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 100 | ≤ 6°C | No requiere | 3 |
| Nitrógeno total | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 100 | ≤ 6°C | $H_2SO_4$ pH≤ 2 | 28 |
| Olor | Vidrio | simple | 500 | ≤ 6°C | No requiere | 1 |
| Oxígeno disuelto | Plástico o Vidrio | *in situ* | 100 | Analizar inmediatamente | No requiere | 0 |
| pH | Plástico o Vidrio | *in situ* o simple | 100 | ≤ 6°C | No requiere | 1 |
| Salinidad | Vidrio | *in situ* o simple | 100 | ≤ 6°C | No requiere | 1 |
| Sedimento o Lodo | Plástico o Vidrio | simple | 100 gramos | ≤ 6°C, oscuridad | No requiere | 1 |
| Solidos disueltos | Plástico o Vidrio | *in situ* o simple | 100 | ≤ 6°C | No requiere | 1 |
| Solidos sedimentables | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 1000 | ≤ 6°C | No requiere | 7 |
| Solidos suspendidos | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 200 | ≤ 6°C | No requiere | 7 |
| Solidos totales | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 200 | ≤ 6°C | No requiere | 7 |
| Sulfatos | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 50 | ≤ 6°C | No requiere | 28 |
| Temperatura | Plástico o Vidrio | *in situ* | 100 | Analizar inmediatamente | No requiere | 0 |
| Tensioactivos aniónicos | Plástico o Vidrio | simple | 50 | ≤ 6°C | No requiere | 1 |
| Turbidez | Plástico o Vidrio | simple o compuesta | 100 | ≤ 6°C, oscuridad | No requiere | 2 |

## 8.2. Anexo 2. Parámetros en campo/*in situ*

| Parámetros en Campo/ In Situ | Agua Potable/Norma COGUANOR 29001 | Ríos | Lago de Amatitlán 0 metros | Lago de Amatitlán 5 y 10 metros | Lago de Amatitlán 20 metros | Acuerdo Gubernativo 236-2006 | Planta de Tratamiento primario | Planta de Tratamiento Terciario |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Cloro Residual | X | | | | | | | |
| Conductividad | | X | X | X | X | X | X | X |
| Dureza Total | X | | | | | | | |
| Materia Flotante | | | | | | X | X | X |
| Oxígeno Disuelto | | X | X | X | X | X | X | X |
| Potencial de hidrógeno | X | X | X | X | X | X | X | X |
| Salinidad | X | X | X | X | X | | | |
| Sólidos Disueltos Totales | X | X | X | X | X | | | |
| Temperatura de cuerpo Receptor | | | | | | X | | |
| Temperatura | X | X | X | X | X | X | X | X |
| Transparencia | | | X | | | | | |

## 8.3. Anexo 3. Análisis Fisicoquímicos:

| Análisis Fisicoquímicos | Agua Potable/Norma Coguanor 29001 | Ríos | Lago de Amatitlán 0 metros | Lago de Amatitlán 5 y 10 metros | Lago de Amatitlán 20 metros | Acuerdo Gubernativo 236-2006 | Planta de Tratamiento primario | Planta de Tratamiento Terciario |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Cianuro | | | | | | X | | |
| Cloro Residual | X | | | | | | | |
| Cloruro | X | | | | | | | |
| Clorofila | | | X | | | | | |
| Color Aparente | X | X | X | X | X | X | X | X |
| Color Verdadero | X | X | X | X | X | X | X | X |
| Cromo VI | | | | | | X | | |
| $DBO_5$ | | X | X | X | X | X | X | X |
| DQO | | X | X | X | X | X | X | X |
| Dureza Total | X | | | | | | | |
| Feofitina | | | X | | | | | |
| Fósforo Total | | X | X | X | X | X | | X |

| Análisis Fisicoquímicos | Agua Potable/Norma Coguanor 29001 | Ríos | Lago de Amatitlán 0 metros | Lago de Amatitlán 5 y 10 metros | Lago de Amatitlán 20 metros | Acuerdo Gubernativo 236-2006 | Planta de Tratamiento primario | Planta de Tratamiento Terciario |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Ortofosfato | | X | X | X | X | | | X |
| Grasas y Aceites | | | | | | X | | |
| Nitrógeno de Amonio (N-NH4) | | X | X | X | X | | | X |
| Nitrógeno de Nitrato (N-NO3) | | X | X | X | X | | | X |
| Nitrógeno de Nitrito (N-NO2) | | X | X | X | X | | | X |
| Nitrógeno Total (N) | | X | X | X | X | X | | X |
| Nitrato (NO3) | X | | | | | | | |
| Nitrito (NO2) | X | | | | | | | |
| Olor | X | | | | | | | |
| Silicatos | | | X | X | X | | | |
| Sólidos Suspendidos Totales | | X | X | X | X | X | X | X |
| Sólidos Totales | | | | | | | | |
| Sólidos Sedimentables | | X | | | | X | | |
| Sulfatos | X | | X | X | X | | | |
| Tensioactivos | | | X | X | X | | | |
| Turbidez | X | X | X | X | X | X | X | X |

**8.4.** Anexo 4. Análisis Microbiológicos:

| Análisis microbiológicos | Agua Potable/Norma Coguanor 29001 | Ríos | Lago de Amatitlán 0 metros | Acuerdo Gubernativo 236-2006 |
|---|---|---|---|---|
| **Coliformes Totales** | X | | | |
| **Coliformes Fecales** | | X | X | X |
| ***Escherichia coli*** | X | | | |

**8.5.** Anexo 5. Absorción Atómica:

| Absorción Atómica | Agua Potable/Norma Coguanor 29001 | Sedimentos y Peces | Ríos | Lago de Amatitlán 0 metros | Lago de Amatitlán 5 y 10 metros | Lago de Amatitlán 20 metros | Acuerdo Gubernativo 236-2006 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Arsénico | | X | X | X | X | X | X |
| Cadmio | | X | X | X | X | X | X |
| Calcio | X | | | | | | |
| Cobre | | X | X | X | X | X | X |
| Cromo Total | | X | X | X | X | X | |
| Hierro | X | X | | X | X | X | |
| Magnesio | X | | | | | | |
| Manganeso | X | | | | | | |
| Mercurio | | X | X | X | X | X | X |
| Níquel | | X | X | X | X | X | X |
| Plomo | | X | X | X | X | X | X |
| Zinc | | X | X | X | X | X | X |

**8.6.** Anexo 6. Análisis de Biodiversidad:

| Análisis de Biodiversidad | Ríos | Lago de Amatitlán 0 metros | Lago de Amatitlán 5 y 10 metros |
|---|---|---|---|
| Macroinvertebrados identificación | X | | |
| Macroinvertebrados conteo | X | | |
| Plancton Identificación | | X | X |
| Plancton conteo | | X | X |

## 9. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-02-007 | Recepción de muestras y generación de órdenes de laboratorio | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC \Procedimientos | 3 años | Encargada de Laboratorio | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 5 años | Asistente Técnico |
| 2 | N/A | Cuaderno de Recepción. | Área de recepción | 1 año | Asistente Técnico | Archivo | 1 año | Asistente Técnico |

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 3 | FMT-AMSA-02-002 | RECEPCIÓN DE MUESTRAS | Carpeta de Ordenes de Laboratorio | Indefinido | Asistente Técnico | Archivo | Indefinido | Asistente Técnico |
| 4 | FMT-AMSA-02-003 | Orden de Análisis de Laboratorio: FISICOQUÍMICA | Carpeta de Ordenes de Laboratorio | Indefinido | Asistente Técnico | Archivo | Indefinido | Asistente Técnico |
| 5 | FMT-AMSA-02-004 | Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA | Carpeta de Ordenes de Laboratorio | Indefinido | Asistente Técnico | Archivo | Indefinido | Asistente Técnico |
| 6 | FMT-AMSA-02-005 | Orden de Análisis de Laboratorio: MICROBIOLOGÍA | Carpeta de Ordenes de Laboratorio | Indefinido | Asistente Técnico | Archivo | Indefinido | Asistente Técnico |
| 7 | FMT-AMSA-02-006 | Orden de Análisis de Laboratorio: SÓLIDOS | Carpeta de Ordenes de Laboratorio | Indefinido | Asistente Técnico | Archivo | Indefinido | Asistente Técnico |
| 8 | FMT-AMSA-02-007 | Orden de Análisis de Laboratorio: CROMATOGRAFÍA DE GASES | Carpeta de Ordenes de Laboratorio | Indefinido | Asistente Técnico | Archivo | Indefinido | Asistente Técnico |
| 9 | FMT-AMSA-02-008 | Orden de Análisis de Laboratorio: MACROINVERTE-BRADOS | Carpeta de Ordenes de Laboratorio | Indefinido | Asistente Técnico | Archivo | Indefinido | Asistente Técnico |
| 10 | FMT-AMSA-02-010 | Cadena de custodia | Carpeta de Ordenes de Laboratorio | Indefinido | Asistente Técnico | Archivo | Indefinido | Asistente Técnico |

## 10. Control de Cambios

**10.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

**LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS**
**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de macroinvertebrados

No. del Documento: **POE-AMSA-02-012** Versión: 01 **No. de páginas: Página 1 de 6**

## CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Técnico de División | Lucila María Rodriguez Mendez | | 29/8/2018 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

Establecer el procedimiento adecuado para la colecta de macroinvertebrados bénticos; además, describir el correcto transporte, preservación y almacenamiento de las muestras recolectadas.

## 2. Alcance

El procedimiento se aplica únicamente para la colecta de macroinvertebrados bénticos en ríos, para poder aplicar correctamente índices (IBF y BMWP) que ayuden a determinar la calidad del agua.

## 3. Método de análisis

Metodología estandarizada de muestreo multi-hábitat de macroinvertebrados acuáticos mediante el uso de la red "D"

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio: Velar por el cumplimiento de las instrucciones establecidas en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal técnico: Aplicar cada una de las instrucciones descritas en el presente procedimiento, de manera que se asegure la correcta colecta, transporte, preservación y almacenamiento de la muestra de macroinvertebrados bénticos.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** t: tiempo de colecta.

**5.2.** $m^2$: área para colectar.

**5.3.** Microhábitat: Lugar que reúne las condiciones necesarias para albergar diferentes tipos de macroinvertebrados bénticos; por ejemplo: sitios con vegetación, sitios bajo las piedras, sedimento, lodos y otros. De manera tal, que al agrupar dichos microhábitats se logre localizar una mayor biodiversidad.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** FMT-AMSA-02-012 Cadena de custodia.

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos

**7.1.1.** Alcohol etílico con una concentración ≥ 95%.

**7.1.2.** Glicerina.

**7.2.** Materiales

**7.2.1.** Recipientes plásticos para colecta, preferiblemente de boca ancha y tapa de rosca.
**7.2.2.** Pizetas con alcohol.
**7.2.3.** Frascos de vidrio con tapón.
**7.2.4.** Cubeta plástica o de acero inoxidable.
**7.2.5.** Pinzas para macroinvertebrados o similares.
**7.2.6.** Bandeja blanca.

**7.3.** Equipos

**7.3.1.** Red en "D" con una luz de malla de 500 μm.
**7.3.2.** Tamiz de 500 μm.
**7.3.3.** Cronómetro o Temporizador.

**7.4.** Equipo de protección personal

**7.4.1.** Guantes.
**7.4.2.** Traje de vadeo.
**7.4.3.** Botas de hule.

## 8. Condiciones ambientales requeridas

Es necesario considerar que cuando el ancho, profundidad y corrientes del río, sean demasiado fuertes, se debe muestrear en la orilla (hasta donde la fuerza de la corriente lo permita), siempre procurando tomar en cuenta la mayor cantidad de hábitats y considerando que las profundidades muestreadas oscilen entre 20 y 80 cm.

## 9. Procedimiento

**9.1.** Preparaciones preliminares

**9.1.1.** Colocarse todo el equipo de seguridad. Se recomienda el uso de guantes que protejan todo el antebrazo, para evitar el contacto con aguas contaminadas y que sean de un material resistente, para protegerse de algún peligro al introducir las manos en el río, al lavar piedras o remover material.

**9.1.2.** Etiquetar los recipientes plásticos para colecta con la siguiente información:

**9.1.2.1.** ID de la muestra,
**9.1.2.2.** Nombre del sitio de captación,
**9.1.2.3.** Fecha y hora de muestreo.

**9.1.3.** Antes iniciar el monitoreo, es necesario agregar alcohol etílico de una concentración ≥95% en los botes, de manera que al final del muestreo se el alcohol etílico quede a una concentración del 70-80%, para evitar daño en los organismos atrapados.

**9.2.** Verificación preliminar

**9.2.1.** Seleccionar un tramo del río que de ser posible cumpla con las siguientes características o condiciones:

**9.2.1.1.** No debe ser superior a 50 m de largo,

**9.2.1.2.** Debe ser lo más representativo posible de la generalidad del río,

**9.2.1.3.** Debe tener de preferencia la mayor diversidad de hábitats posible, como:

**9.2.1.3.1.** zonas con corriente suave,

**9.2.1.3.2.** corriente fuerte,

**9.2.1.3.3.** sustrato duro,

**9.2.1.3.4.** sustrato suave,

**9.2.1.3.5.** vegetación acuática emergida, tanto dentro del río como sus orillas,

**9.2.1.3.6.** hojarasca,

**9.2.1.3.7.** madera,

**9.2.1.3.8.** lodos,

**9.2.1.3.9.** arenas y

**9.2.1.3.10.** otras condiciones que tiendan a favorecer la biodiversidad de organismos presentes en el tramo seleccionado.

**9.2.2.** Dividir en tres partes los diferentes microhábitats identificados, lo más adyacente posible, ya que en cada una de estas se muestreará intensivamente durante un período de 5 minutos (formando una submuestra) para alcanzar un total de 15 minutos.

**9.3.** Colecta, preservación y transporte de Macroinvertebrados

**9.3.1.** Iniciar el proceso de muestreo cronometrando los cinco minutos de muestreo

**9.3.2.** Colocar la red "D" en posición vertical tomándola por la parte más alta del mango y colocarla a contracorriente en contacto con el fondo de la superficie del río a muestrear, según los siguientes casos

**9.3.2.1.** Para los microhábitats de corriente fuerte o lenta y sustrato duro o blando, limpiar con la mano o restregar con los pies el sustrato, procurando que el residuo removido quede atrapado dentro de la red "D". Se debe cambiar de ubicación la red constantemente, colocándola de tal forma que el material removido quede atrapado en ella.

**9.3.2.2.** Para los microhábitats correspondientes a vegetación acuática emergida de los márgenes del río, y la de macrófitas y macroalgas sumergidas, pasar la red por entre la vegetación, las raíces sumergidas y las macrófitas.

**9.3.2.3.** Para los microhábitats de arena, grava o barro, remover el fondo con los pies y procurar que el material que flote o arrastra la corriente sea atrapado en la red "D".

**9.3.2.4.** Cuando la red "D" es pasada por lugares con abundante hojarasca, tenderá a acumular gran cantidad de esta, por lo que será necesario introducir la red con la hojarasca en el agua, lavar cuidadosamente el material tratando que los insectos queden dentro y de esta forma poder remover con la mano, la mayor parte de material sin perder los organismos vivos acumulados en ella.

**9.3.3.** Al completar los cinco minutos en cada uno de los grupos de microhábitats identificados, procurar que el material adherido a las paredes de la red "D" se deposite en el fondo, introduciendo la red "D" en el agua o lanzando agua con la mano a las paredes.

**9.3.4.** Cuando ya se haya colocado en el recipiente todo el material colectado, verificar si es necesario agregar más alcohol, ya que todo el material depositado debe estar completamente cubierto.

**9.3.5.** Enjuagar adecuadamente la red "D" con agua limpia, antes de continuar con la toma de la segunda submuestra, con el objetivo de no llevar ningún invertebrado al tomar la segunda submuestra.

**9.3.6.** Continuar con el muestreo hasta completar las tres submuestras de cinco minutos cada una, siguiendo las instrucciones descritas desde el numeral 9.3.1.

**9.3.7.** Al finalizar las tres submuestras deseadas, lavar la red con suficiente agua limpia y revisarla bien para evitar el traslape de organismos de un punto de muestreo con otro.

**9.3.8.** Colocar las submuestras en un recipiente estable como una hielera o una cubeta para su traslado al laboratorio.

**9.4.** Limpieza y almacenamiento de la muestra

**NOTA:** Este proceso puede realizarse *in situ* o en las instalaciones del laboratorio.

**9.4.1.** Primero se homogenizarán las muestras, tomando los botes con las submuestras y se mezclando en un bote nuevo.

**9.4.2.** Luego agarrar un cuarto del bote y se agrega a un tamiz de 500 µm donde el sedimento se lava con agua del chorro, hasta que se considere que el agua salga transparente.

**9.4.3.** Después, el sedimento se agregará a una bandeja color blanco (esto es para observar mejor los macroinvertebrados).

**9.4.4.** Separar los macroinvertebrados bénticos y agregarlos en los frascos de vidrio con alcohol al 70% y glicerina. Etiquetar los botes con la fecha del muestreo, nombre del sitio de captación y las iniciales del técnico de muestreo.

**9.4.5.** Una vez finalizada la limpieza y separación, seguir las instrucciones del procedimiento POE-AMSA-07-001. Identificación y cálculo de densidad poblacional de Macroinvertebrados.

## 10. Referencia y/o Bibliografía

**10.1.** MINAE-S. (2007). *Decreto No. 33903. Reglamento para la evaluación y clasificación de la calidad de cuerpos de agua superficiales.* San José: La Gaceta 178.

**10.2.** Sermeño, J. (2010). *Metodología estandarizada de muestreo multihábitat de macroinvertebrados acuáticos mediante el uso de la red "D" en ríos de El Salvador.* San Salvador: Editorial Universitaria.

## 11. Anexos: No aplica.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-02-012 | Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de macroinvertebrados | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |
| 2 | FMT-AMSA-02-010 | Cadena de custodia | Carpeta de Cadenas de Custodia | indefinido | Personal técnico de monitoreo | Carpeta de Cadenas de Custodia | indefinido | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos

Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán

AMSA

# Procedimientos de FISICOQUÍMICA

Este documento es propiedad exclusiva de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA, por lo que queda prohibida su reproducción sin autorización del mismo. Toda copia fuera del Sistema de Gestión de Calidad será considerada una **"COPIA NO CONTROLADA"**

# LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Filtración de muestras acuosas

No. del Documento: **POE-AMSA-03-002** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 5**

## CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional de División | Ferdiner Ulises González Ortíz | | 29/8/18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

Describir las instrucciones a seguir para llevar a cabo la filtración de muestras de aguas naturales, potables y residuales.

## 2. Alcance

Este método es aplicable para la filtración de aguas naturales, potables y residuales.

## 3. Método de análisis: No aplica

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la filtración de muestras acuosas

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** µm: micrómetros

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-008 Lavado de cristalería

**6.2.** POE-AMSA-03-003 Determinación de color verdadero y color aparente en muestras acuosas

**6.3.** POE-AMSA-03-008 Determinación de ortofosfatos en muestras acuosas

**6.4.** POE-AMSA-03-009 Determinación de nitrógeno de nitrato en muestras acuosas

**6.5.** POE-AMSA-03-010 Determinación de nitrógeno de nitritos

**6.6.** POE-AMSA-03-011 Determinación de nitrógeno de amonio

**6.7.** POE-AMSA-03-015 Determinación de Cianuro

**6.8.** POE-AMSA-03-016 Determinación de Cromo hexavalente

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos: No aplica

**7.2.** Patrones de referencia: No aplica

**7.3.** Materiales

**7.3.1.** Embudo de porcelana de 90 mm de diámetro

**7.3.2.** Erlenmeyer con una capacidad de volumen suficiente (250 ml, 500 ml o 1 L)

**7.3.3.** Filtros de fibra de vidrio de 47 mm o 90 mm de diámetro.

**7.3.4.** Filtros de nitrocelulosa de poro 0.45 µm y 45 mm de diámetro.
**7.3.5.** Kitasato con una capacidad de volumen suficiente (250 ml, 500 ml o 1 L)
**7.3.6.** Pinzas de punta plana sin dientes
**7.3.7.** Pisetas con agua suprapura.
**7.3.8.** Probetas de 100 y 250 ml de capacidad.
**7.3.9.** Recipientes plásticos para descarte del agua.
**7.3.10.** Sistema de filtración para filtros de 45 mm de diámetro

**7.4.** Equipos
**7.4.1.** Bomba de vacío

**7.5.** Equipo de protección personal
**7.5.1.** Bata
**7.5.2.** Guantes de nitrilo.
**7.5.3.** Lentes de protección.

## 8. Condiciones ambientales requeridas.

**8.1.** Si la muestra esta refrigerada o en cadena de frio esta debe de alcanzar la temperatura ambiente.

## 9. Procedimiento

**9.1.** Filtrado de muestras con poco material suspendido.

**9.1.1.** Armar el sistema de filtración utilizando la bomba de vacío, kitasato, vaso y embudo filtración de 45 mm de diámetro.
**9.1.2.** Utilizando las pinzas, colocar el filtro de nitrocelulosa de 0.45 µm con pinzas en el sistema de filtración.
**9.1.3.** Medir el volumen requerido en una probeta.
**9.1.4.** Encender la bomba de vacío hasta que se haya filtrado toda la muestra y apagar la bomba de vacío.
**9.1.5.** Trasvasar a un Erlenmeyer limpio y etiquetar con el número de identificación de la muestra; o bien, puede utilizarse el kitasato que se utilizó para la filtración, siempre y cuando se etiquete con el número de identificación de la muestra.

**9.2.** Filtrado de muestras con abundante material suspendido.

**9.2.1.** Utilizar un filtro de fibra de vidrio para utilizarlo como prefiltro.

**9.2.2.** Armar el sistema de filtración utilizando la bomba de vacío, kitasato, embudo de porcelana de 90 mm de diámetro o el embudo de filtración de 45 mm de diámetro (de acuerdo al filtro que se utilizara para el prefiltrado), y el vaso de filtración (si aplica).

**9.2.3.** Utilizando las pinzas, colocar el filtro de fibra de vidrio en el sistema de filtración.

**9.2.4.** Medir el volumen requerido en una probeta.

**9.2.5.** Encender la bomba de vacío hasta que se haya filtrado toda la muestra y apagar la bomba de vacío.

**9.2.6.** Trasvasar el filtrado a un Erlenmeyer limpio y etiquetado con el número de identificación de la muestra.

**9.2.7.** Lavar el kitasato con agua suprapura, ya que servirá para el segundo filtrado.

**9.2.8.** Armar el segundo sistema de filtración utilizando la bomba de vacío, kitasato, vaso y embudo filtración de 45 mm de diámetro.

**9.2.9.** Utilizando las pinzas, colocar el filtro de nitrocelulosa de 0.45 µm con pinzas en el sistema de filtración.

**9.2.10.** Agregar la cantidad de volumen requerido del primer filtrado o prefiltrado.

**9.2.11.** Encender la bomba de vacío hasta que se haya filtrado toda la muestra y apagar la bomba de vacío.

**9.2.12.** Trasvasar a un Erlenmeyer limpio y etiquetar con el número de identificación de la muestra; o bien, puede utilizarse el kitasato que se utilizó para la filtración, siempre y cuando se etiquete con el número de identificación de la muestra.

**9.3.** Filtrado de muestras para la determinación de clorofila y feofitina.

**9.3.1.** Utilizar un filtro de fibra de vidrio de 45 mm de diámetro.

**9.3.2.** Armar el sistema de filtración utilizando la bomba de vacío, kitasato, el embudo de filtración de 45 mm de diámetro y el vaso de filtración.

**9.3.3.** Utilizando las pinzas, colocar el filtro de fibra de vidrio en el sistema de filtración.

**9.3.4.** Medir el volumen requerido en una probeta.

**9.3.5.** Encender la bomba de vacío hasta que se haya filtrado toda la muestra y apagar la bomba de vacío.

**9.3.6.** Descartar el filtrado.

**9.3.7.** Tomar cuidadosamente el filtro de fibra de vidrio con las pinzas y doblarlo por la mitad, sin tocarlo en la parte interna y colocarlo en un trozo de papel de aluminio, lo suficientemente grande para envolverlo.

**9.3.8.** Guardar en el freezer hasta su análisis.

**10. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo:** No aplica

**11. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta:** No aplica.

**12. Referencias y/o Bibliografía:**

**12.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**13. Disposición del Documento**

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-03-002 | Filtración de muestras acuosas | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

**14. Control de Cambios**

**14.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

**LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS**
**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de color verdadero y color aparente en muestras acuosas

No. del Documento: **POE-AMSA-03-003** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 5**

## CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional de División | Ferdiner Ulises González Ortíz | | 29/8/18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA · AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN · LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS · AMSA · GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN · AMSA · CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

Describir las instrucciones a seguir para llevar a cabo el análisis de color verdadero y aparente mediante el método espectrofotométrico en aguas naturales, potables y residuales.

## 2. Alcance

Este método es aplicable para la determinación de color verdadero y aparente en aguas naturales, potables y residuales.

## 3. Método de análisis

**3.1.** Método Espectrofotométrico a una longitud de onda. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21220 C.

## 4. Principio

El color en aguas es el resultado de la formación y la presencia de materia orgánica natural, partículas acuáticas. El material húmico está compuesto por acido húmico y fulvico, que confiere un color amarillo-café al agua. El color es determinado por el método espectrofotométrico entre 450 y 465 nm mediante el principio del método de Platino/Cobalto. El resultado es reportado en unidades Pt/Co.

## 5. Responsabilidad y autoridad

**5.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**5.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la determinación de color verdadero y color aparente en muestras acuosas.

## 6. Definiciones y Abreviaturas

**6.1.** Pt/Co: Unidades Platino/Cobalto.

**6.2.** nm: nanómetros.

## 7. Documentos Relacionados

**7.1.** POE-AMSA-02-008 Lavado de cristalería.

**7.2.** FMT-AMSA-02-003 Orden de Análisis de Laboratorio: FISICOQUÍMICA.

**7.3.** POE-AMSA-03-002 Filtración de muestras.

## 8. Material y Equipo

**8.1.** Reactivos: No aplica.

**8.2.** Patrones de referencia: No aplica.

**8.3.** Materiales

**8.3.1.** Celdas de vidrio o cuarzo de acuerdo a las necesidades del equipo.

**8.3.2.** Papel absorbente.

**8.3.3.** Papel limpialentes.

**8.3.4.** Pisetas con agua suprapura.

**8.3.5.** Recipientes plásticos para descarte del agua.

**8.4.** Equipos

**8.4.1.** Fotómetro o Espectrofotómetro.

**8.5.** Equipo de protección personal

**8.5.1.** Bata.

**8.5.2.** Guantes de nitrilo.

**8.5.3.** Lentes de protección.

## 9. Condiciones ambientales requeridas.

**9.1.** Si la muestra esta refrigerada o en cadena de frio esta debe de alcanzar la temperatura ambiente.

## 10. Procedimiento

**10.1.** Preparaciones preliminares

**10.1.1.** *Filtrado de muestras para la determinación del color verdadero.*

**10.1.1.1.** Seguir las instrucciones del procedimiento POE-AMSA-03-002 Filtración de muestras.

**10.1.2.** *Preparación de celdas de medición*

**10.1.2.1.** Lavar 3 veces con agua suprapura.

**10.1.2.2.** Dejar secar sobre papel absorbente.

**10.1.2.3.** Previo a su uso, secar las paredes externas con un papel limpia vidrios.

**10.2.** Verificación preliminar

**10.2.1.** Se debe de ajustar el fotómetro en cero antes de realizar la medición.

**10.2.2.** Ingresar en menú principal y en configuración.

**10.2.3.** Seleccionar ajuste de cero e ingresar la cubeta a utilizar limpia, conteniendo agua suprapura

**10.2.4.** Seleccionar medir y esperar el mensaje que indique el ajuste de cero.

**10.3.** Procedimiento para la determinación del color aparente con baja carga contaminante.

**10.3.1.** Llenar una celda limpia hasta la marca, con la muestra homogenizada y sin filtrar, e introducirla en el lector.

**10.3.2.** De acuerdo al equipo utilizado, seleccionar el código del método para la medición de color y anotar el resultado en unidades Pt/Co.

**10.3.3.** Si se tienen otras muestras, descartar la muestra evaluada y lavar la cubeta tres veces con agua suprapura, secar la cubeta y repetir el procedimiento anterior

**10.4.** Procedimiento para la determinación del color aparente con alta carga contaminante.

**10.4.1.** Se trabaja mediante diluciones.

**10.4.2.** Realizar una dilución 1:10:

**10.4.2.1.** Homogenizar la muestra.

**10.4.2.2.** En un recipiente limpio agregue 1 mililitro de la muestra y 9 ml de agua suprapura. Agite para homogenizar

**10.4.3.** De acuerdo al equipo utilizado, seleccionar el código del método para la medición de color

**10.4.4.** Anotar el resultado en unidades Pt/Co y multiplicarlo por el factor de dilución.

**10.4.5. Nota:** Si al utilizar la dilución 1:10, se obtiene una lectura mayor al límite superior que puede reportar el equipo, puede realizar otras diluciones, de manera que se pueda obtener un resultado numérico.

**10.5.** Procedimiento para la determinación del color verdadero.

**10.5.1.** Llenar una celda limpia hasta la marca, con la muestra filtrada e introducirla en el lector.

**10.5.2.** De acuerdo al equipo utilizado, seleccionar el código del método para la medición de color y anotar el resultado en unidades Pt/Co.

**10.5.3.** Si se tienen otras muestras, descartar la muestra evaluada y lavar la cubeta tres veces con agua desmineralizada.

**10.5.4. Nota:** Se deben de utilizar diferentes kitasatos para filtrar las demás muestras.

## 11. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo:

Para la aprobación de los resultados se necesita la correcta calibración mensual del equipo y la realización del ajuste de cero para la cubeta de 50 mm.

## 12. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**12.1.** Si la muestra se lee de forma directa, únicamente se anota el resultado del fotómetro en unidades Pt/Co.

**12.2.** Si se realizó factor de dilución se anota el resultado del fotómetro y se multiplica por el factor de dilución. Se expresa en unidades Pt/Co.

**12.3.** Los resultados obtenidos deben reportarse en el formato FMT-AMSA-02-003. Orden de Análisis de Laboratorio: FISICOQUÍMICA, que corresponda a la muestra analizada.

## 13. Referencias y/o Bibliografía:

**13.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**13.2.** Merck. (1999). *Manual Spectroquant® NOVA 60.*

## 14. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-03-003 | Determinación de color verdadero y color aparente en muestras acuosas | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 15. Control de Cambios

**15.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

**LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS**
**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Turbidez en muestras acuosas

No. del Documento: **POE-AMSA-03-004** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 5**

## CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional de División | Ferdiner Ulises González Ortíz | | 29/8/18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

## 1. Objetivo

Describir las instrucciones a seguir para llevar a cabo el análisis de la turbidez por medio del fotómetro en aguas naturales, potables y residuales.

## 2. Alcance

Este método es aplicable para la determinación de turbidez en aguas naturales, potables y residuales.

## 3. Método de análisis

**3.1.** Método de medición de turbidez a una longitud de onda de 550 nm. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 2130 C

## 4. Principio

La claridad del agua es importante para elaboración y manufactura de productos destinados para el uso y consumo humano como procesos alimenticios y producción de agua potable. Otro ámbito muy importante es su uso en el tratamiento de aguas ya que sirve para la evaluación de procesos sedimentación y filtración. Por precisión, sensibilidad y aplicabilidad se realiza mediante el método de medición de turbidez a una longitud de onda de 550 nm y se expresa mediante las unidades (NTU) nephelometric turbidity units, por sus siglas en ingles.

## 5. Responsabilidad y autoridad

**5.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**5.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la determinación de turbidez en muestras acuosas

## 6. Definiciones y Abreviaturas

**6.1.** NTU: Unidades Nefelometicas de Turbidez, por sus siglas en inglés Nephelometric Turbidity Units.

## 7. Documentos Relacionados

**7.1.** POE-AMSA-02-008 Lavado de cristalería

**7.2.** FMT-AMSA-02-003 Orden de Análisis de Laboratorio: FISICOQUÍMICA

## 8. Material y Equipo

**8.1.** Reactivos: No aplica

**8.2.** Patrones de referencia: No aplica

**8.3.** Materiales

**8.3.1.** Celdas de vidrio o cuarzo de acuerdo a las necesidades del equipo

**8.3.2.** Papel absorbente

**8.3.3.** Papel limpia lentes

**8.3.4.** Pisetas con agua suprapura.

**8.3.5.** Recipientes plásticos para descarte del agua.

**8.4.** Equipos

**8.4.1.** Fotómetro

**8.5.** Equipo de protección personal

**8.5.1.** Bata

**8.5.2.** Guantes de nitrilo.

**8.5.3.** Lentes de protección.

## 9. Condiciones ambientales requeridas.

**9.1.** Si la muestra esta refrigerada o en cadena de frio esta debe de alcanzar la temperatura ambiente.

## 10. Procedimiento

**10.1.** Preparaciones preliminares

**10.1.1.** *Preparación de celdas de medición*

**10.1.1.1.** Lavar 3 veces con agua suprapura.

**10.1.1.2.** Dejar secar sobre papel absorbente.

**10.1.1.3.** Previo a su uso, secar las paredes externas con un papel limpia vidrios.

**10.2.** Verificación preliminar

**10.2.1.** Se debe de ajustar el fotómetro en cero antes de realizar la medición.

**10.2.2.** Ingresar en menú principal y en configuración.

**10.2.3.** Seleccionar ajuste de cero e ingresar la cubeta a utilizar limpia, conteniendo agua suprapura

**10.2.4.** Seleccionar medir y esperar el mensaje que indique el ajuste de cero.

**10.3.** Procedimiento para la determinación de Turbidez con baja carga contaminante.

**10.3.1.** Encender el fotómetro.

**10.3.2.** Realizar ajuste de cero con cubera que corresponda

**10.3.3.** Homogenizar la muestra.

**10.3.4.** Llenar una celda limpia hasta la marca, con la muestra homogenizada y sin filtrar, e introducirla en el lector.

**10.3.5.** Agregar 10 ml de muestra a la cubeta de 50 mm.

**10.3.6.** De acuerdo al equipo utilizado, seleccionar el código del método para la medición de turbidez

**10.3.7.** Leer la muestra y anotar el resultado en NTU.

**10.4.** Procedimiento para la determinación del color aparente con alta carga contaminante.

**10.4.1.** Se trabaja mediante diluciones.

**10.4.2.** Realizar una dilución 1:10:

**10.4.2.1.** Homogenizar la muestra.

**10.4.2.2.** En un recipiente limpio agregue 1 mililitro de la muestra y 9 ml de agua suprapura. Agite para homogenizar

**10.4.3.** De acuerdo al equipo utilizado, seleccionar el código del método para la medición de turbidez

**10.4.4.** Leer la muestra y anotar el resultado en NTU.

**10.4.5. Nota:** Si al utilizar la dilución 1:10, se obtiene una lectura mayor al límite superior que puede reportar el equipo, puede realizar otras diluciones, de manera que se pueda obtener un resultado numérico.

## 11. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo:

**11.1.** Para la aprobación de los resultados se necesita la correcta calibración mensual del equipo y la realización del ajuste de cero.

## 12. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**12.1.** Si la muestra se lee de forma directa, únicamente se anota el resultado del fotómetro en NTU.

**12.2.** Si se realizó factor de dilución se anota el resultado del fotómetro y se multiplica por el factor de dilución. Se expresa en unidades UNT.

**12.3.** Los resultados obtenidos deben reportarse en el formato FMT-AMSA-02-003. Orden de Análisis de Laboratorio: FISICOQUÍMICA, que corresponda a la muestra analizada.

## 13. Referencias y/o Bibliografía:

**13.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**13.2.** Merck. (1999). *Manual Spectroquant® NOVA 60.*

## 14. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-03-004 | Determinación de Turbidez en muestras acuosas | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 15. Control de Cambios

**15.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

## LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Sólidos suspendidos totales en muestras acuosas

No. del Documento: **POE-AMSA-03-005** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 5**

### CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional de División | Ferdiner Ulises González Ortíz | | 29/8/18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 24/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

Describir las instrucciones a seguir para llevar a cabo el análisis de sólidos suspendidos totales por el método gravimétrico y secado a una temperatura de 103-105 °C en un cuerpo de agua natural, potable y residual

## 2. Alcance

Este método es aplicable para la determinación de sólidos suspendidos totales en aguas naturales, potables y residuales

## 3. Método de análisis

**3.1.** Método gravimétrico para la Determinación de sólidos suspendidos totales secados a una temperatura de 103-105 °C. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 2540 D

## 4. Principio

Las muestras homogenizadas son filtradas mediante filtros de fibra de vidrio, sus residuos son retenidos y deshidratados de 103 a 105 C y por medio de un diferencial de peso se podrá calcular la cantidad de solidos suspendidos totales fueron retenidos en el filtro por el proceso de filtración de la muestra.

## 5. Responsabilidad y autoridad

**5.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**5.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la determinación de sólidos suspendidos totales en muestras acuosas

## 6. Definiciones y Abreviaturas

**6.1.** mg/L: miligramos por Litro, equivalente a ppm.

## 7. Documentos Relacionados

**7.1.** POE-AMSA-02-008 Lavado de cristalería

**7.2.** FMT-AMSA-02-003 Orden de Análisis de Laboratorio: FISICOQUÍMICA

## 8. Material y Equipo

**8.1.** Reactivos: No aplica

**8.2.** Patrones de referencia: No aplica

**8.3.** Materiales

**8.3.1.** Embudo de porcelana de 90 mm de diametro

**8.3.2.** Filtros de fibra de vidrio de 47 mm o 90 mm de diámetro.

**8.3.3.** Kitasato de 500 ml

**8.3.4.** Pinzas de punta plana

**8.3.5.** Pisetas con agua suprapura.

**8.3.6.** Probetas graduadas de 250 ml de capacidad.

**8.3.7.** Recipientes plásticos para descarte del agua.

**8.3.8.** Recipientes plásticos para lavado de cristalería.

**8.3.9.** Vidrio de reloj

**8.4.** Equipos

**8.4.1.** Bomba de vacío

**8.4.2.** Desecador conteniendo un agente desecante, preferiblemente con indicador de color para humedad.

**8.4.3.** Horno que pueda operar a temperaturas de 103-105 °C.

**8.5.** Equipo de protección personal

**8.5.1.** Bata

**8.5.2.** Guantes de nitrilo.

**8.5.3.** Lentes de protección.

**9. Condiciones ambientales requeridas:** No aplica

**10. Procedimiento**

**10.1.** Preparaciones preliminares

**10.1.1.** Los filtros a utilizar deben de estar por lo menos 24 horas dentro de la desecadora.

**10.2.** Verificación preliminar

**10.2.1.** Verificación de la calibración y correcto funcionamiento de la balanza analítica.

**10.2.2.** Control de humedad adecuado de la desecadora para el correcto pesaje de los filtros.

**10.2.3.** Precalentar el horno a 103 - 105 °C

**10.3.** Procedimiento para determinación de solidos suspendidos totales secados a 103 a 105 °C.

**10.3.1.** Encender la balanza y esperar a que estabilice.

**10.3.2.** Retirar de la desecadora los filtros con una pinza y colocarlos en un vidrio de reloj etiquetado con el número de identificación de la muestra.

**10.3.3.** Tarar la balanza y colocar el filtro. Esperar a que estabilice.

**10.3.4.** Anotar el resultado como peso inicial del filtro.

**10.3.5.** Armar el sistema de filtración (bomba de vacío, kitazato y embudo).

**10.3.6.** Colocar el filtro en el sistema.

**10.3.7.** Medir y anotar el volumen requerido en una probeta.

**10.3.7.1.** Si son aguas naturales o de otra procedencia con baja carga contaminante se recomienda utilizar 200 ml. Si son aguas con alta carga contaminante se recomienda utilizar 100 ml o hasta 50 ml según sea el caso.

**10.3.8.** Encender el sistema de vacío y filtrar la muestra.

**10.3.9.** Con el horno precalentado a 103 - 105 °C introducir los filtros durante 1 hora.

**10.3.10.** Retirar los filtros e introducirlos a la desecadora, de manera que se enfríen y lleguen a temperatura ambiente, sin ganar peso por la humedad ambiental.

**10.3.11.** Pesar el filtro a temperatura ambiente y anotar el resultado

**10.3.12.** Repetir el proceso de los incisos 10.3.12 y 13.3.13, hasta obtener una variación de peso menor a 0.5 mg (<0.5 mg).

**10.3.13.** Con dos resultados de una variación <0.5 mg, calcular el promedio y reportarlo como peso final del filtro.

## 11. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo:

**11.1.** Para la aprobación de los resultados se requiere la verificación de la calibración de la balanza y el correcto funcionamiento del desecador.

**11.2.** Para el rechazo de los resultados se identifica la incorrecta toma de muestras, así como el almacenaje prolongado de las mismas (mayor a 7 días).

## 12. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**12.1.** Para el cálculo de la concentración de sólidos suspendidos totales se debe utilizar la siguiente fórmula:

$$SST \text{ en } mg/L = (Pf - Pi) * 1000 / V$$

Donde:

Pf: Peso del filtro con la muestra, expresado en mg.

Pi: Peso del filtro sin la muestra, expresado en mg.

V: Volumen de la muestra filtrada, expresado en mL

## 13. Referencias y/o Bibliografía:

**13.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

## 14. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-03-005 | Determinación de Sólidos suspendidos en muestras acuosas | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 15. Control de Cambios

**15.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

## LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de sólidos sedimentables en muestras acuosas

No. del Documento: **POE-AMSA-03-006** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 4**

## CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional de División | Ferdiner Ulises González Ortíz | | 29/8/18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/8/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

Describir las instrucciones a seguir para llevar a cabo el análisis de sólidos sedimentables por medio de conos Imhoff en aguas naturales y residuales.

## 2. Alcance

Este método es aplicable para la determinación de sólidos sedimentables en aguas naturales y residuales.

## 3. Método de análisis

**3.1.** Determinación de sólidos sedimentables. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 2540 F.

## 4. Principio

Los sólidos sedimentables de aguas superficiales y salinas, así como aguas residuales domésticas y de tipo especial pueden ser determinados y expresados en función del volumen (ml/L). El límite de detección para este método es generalmente de 0.1 ml/L o dependiendo del cono Imhoff utilizado.

## 5. Responsabilidad y autoridad

**5.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**5.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la determinación de sólidos sedimentables en muestras acuosas

## 6. Definiciones y Abreviaturas

**6.1.** Cono Imhoff: Es un recipiente graduado con paredes trasparentes de forma cónica, con capacidad para 1 litro.

## 7. Documentos Relacionados

**7.1.** POE-AMSA-02-008 Lavado de cristalería

**7.2.** FMT-AMSA-02-003 Orden de Análisis de Laboratorio: FISICOQUÍMICA

## 8. Material y Equipo

**8.1.** Reactivos: No aplica

**8.2.** Patrones de referencia: No aplica

**8.3.** Materiales

**8.3.1.** Papel absorbente.

**8.3.2.** Pizetas con agua suprapura.

**8.3.3.** Recipientes plásticos para descarte del agua.

**8.3.4.** Varilla de agitación o pipeta de vidrio

**8.4.** Equipos

**8.4.1.** Cono Inhoff graduado de 1 L de capacidad

**8.4.2.** Cronometro

**8.4.3.** Gradilla para cono imhoff.

**8.5.** Equipo de protección personal

**8.5.1.** Bata

**8.5.2.** Guantes de nitrilo.

**8.5.3.** Lentes de protección.

## 9. Condiciones ambientales requeridas:

Si la muestra esta refrigerada o en cadena de frio debe de alcanzar la temperatura ambiente.

## 10. Procedimiento

**10.1.** Preparaciones preliminares: No aplica

**10.2.** Verificación preliminar: No aplica

**10.3.** Procedimiento para determinación de solidos suspendidos totales secados a 103 a 105 °C.

**10.3.1.** Verter en cono Imhoff 1000 ml de la muestra homogenizada.

**10.3.2.** Dejar sedimentar durante 45 minutos.

**10.3.3.** A los 45 minutos raspar las paredes del cono con una varilla de agitación o con una pipeta de vidrio para desprender las partículas adheridas.

**10.3.4.** Dejar sedimentar 15 minutos más.

**10.3.5.** Leer el volumen del sedimento a escala a los 60 minutos de iniciado el ensayo.

## 11. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo: No aplica

## 12. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**12.1.** Los resultados se expresan en ml de solidos sedimentables sobre 1 litro de muestra a los 60 minutos.

## 13. Referencias y/o Bibliografía:

**13.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

## 14. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-03-006 | Determinación de Sólidos sedimentables en muestras acuosas | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 15. Control de Cambios

**15.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

**LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS**
**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Digestión para determinación simultanea de fosforo y nitrógeno total – Método de Valderrama

No. del Documento: **POE-AMSA-03-007** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 5**

## CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional de División | Ferdiner Ulises González Ortíz | | 29/8/18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

Describir las instrucciones a seguir para llevar a cabo la digestión de aguas naturales, potables y residuales, por medio de la oxidación con persulfato de potasio, para el posterior análisis de nitrógeno total y fósforo total.

## 2. Alcance

Este método es aplicable para la digestión de aguas naturales, potables y residuales.

## 3. Método de análisis

**3.1.** Digestión por la oxidación de persulfato de potasio, Valderrama 1981.

## 4. Principio

La digestión de Valderrama requiere de altas temperaturas y medio ácido para asegurar una total oxidación; se realiza con la finalidad de oxidar conjuntamente las fracciones no reactivas de nitrógeno y fósforo.

## 5. Responsabilidad y autoridad

**5.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**5.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la digestión de muestras acuosas que desean someterse a un posterior análisis de nitrógeno total y fósforo total.

## 6. Definiciones y Abreviaturas

**6.1.** $K_2S_2O_8$: Persulfato de potasio

**6.2.** NaOH: Hidróxido de sodio

## 7. Documentos Relacionados

**7.1.** POE-AMSA-02-008 Lavado de cristalería

**7.2.** FMT-AMSA-02-003 Orden de Análisis de Laboratorio: FISICOQUÍMICA

**7.3.** POE-AMSA-03-007 Determinación de ortofosfatos en muestras acuosas

**7.4.** POE-AMSA-03-008 Determinación de nitrógeno de nitrato en muestras acuosas

## 8. Material y Equipo

**8.1.** Reactivos:

**8.1.1.** Ácido bórico

**8.1.2.** Agua suprapura

**8.1.3.** Hidróxido de sodio

**8.1.4.** Persulfato de potasio (libre de nitrógeno).

**8.2.** Patrones de referencia: No aplica

**8.3.** Materiales

**8.3.1.** Beaker de 250 y 500 ml de capacidad

**8.3.2.** Gradilla

**8.3.3.** Pipetas automáticas de 10 y 5 ml

**8.3.4.** Puntas de pipetas automáticas

**8.3.5.** Tubos de tapa rosca de 16 x 100 mm

**8.4.** Equipos

**8.4.1.** Termorreactor ajustable a temperatura y tiempo de reacción

**8.5.** Equipo de protección personal

**8.5.1.** Bata

**8.5.2.** Guantes de nitrilo.

**8.5.3.** Lentes de protección.

## 9. Condiciones ambientales requeridas.

**9.1.** Una vez finalizada la reacción en el termorreactor los tubos deben de estar a temperatura ambiente para ser analizados.

**9.2.** Si la muestra esta refrigerada o en cadena de frio esta debe de alcanzar la temperatura ambiente.

## 10. Procedimiento

**10.1.** Preparaciones preliminares

**10.1.1.** *Preparacion del NaOH 1 M.*

**10.1.1.1.** Para preparar 250 ml de reactivo Oxidante: Disolver 3.5 g de NaOH en 87.5 ml de agua suprapura.

**10.1.1.2.** Para preparar 100 ml de reactivo Oxidante: Disolver 1.4 ml de NaOH en 35 ml de agua suprapura.

**10.1.2.** *Precalentar el Termorreactor.*

**10.1.2.1.** Configurar el termorreactor para que precaliente a una temperatura de 120 °C.

**10.1.3.** *Preparación de reactivo Oxidante (Valderrama)*

**10.1.3.1.** Para preparar 250 ml de reactivo Oxidante: Pesar 12.5 g de $K_2S_2O_8$ y 7.5 g de ácido bórico y disolver en 87.5 ml de NaOH 1M, aforar hasta 250 ml con agua suprapura.

**10.1.3.2.** Para preparar 100 ml de reactivo Oxidante: Pesar 5 g de $K_2S_2O_8$ y 3 g de ácido bórico y disolver en 35 ml de NaOH 1M, aforar hasta 100 ml con agua suprapura.

**10.1.3.3.** Se almacena en un frasco ámbar (reactivo fotosensible) y a temperatura ambiente. **El reactivo es estable de 6 a 8 meses.**

**10.2.** Verificación preliminar

**10.2.1.** Se debe de ajustar el espectrofotómetro en cero antes de realizar la medición.

**10.3.** Procedimiento para la digestión de las muestras con baja carga y alta carga contaminante.

**10.3.1.** Utilizar para cada análisis dos tubos de vidrio de tapa rosca, en total 4 tubos por muestra; es decir, 2 para la determinación de nitrógeno total y 2 para la determinación de fosforo total.

**10.3.2.** Agregar a cada tubo 10 ml de la muestra directa (sin filtrar), si se considera que la muestra tiene baja carga contaminante; de lo contrario, si se considera que la muestra tiene alta carga contaminante, realizar una dilución 1:10 de la muestra (sin filtrar), y agregar a cada tubo 10 ml de la muestra diluida

**10.3.3.** Agregar 2 ml de reactivo de Valderrama a cada tubo con muestra.

**10.3.4.** Tapar los tubos con tapa rosca de forma hermética.

**10.3.5.** En el termorreactor precalentado, configurar para someter los tubos a una temperatura de 120 °C por un lapso de una hora. De forma alternativa se pueden sumergir durante 2 horas en agua hirviendo, o someter a la autoclave durante 60 minutos a 1 atmósfera de presión.

**10.3.6.** Dejar enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente.

**10.3.7.** Seguir el procedimiento espectrofotométrico para determinación de fósforo total y nitrógeno totales de acuerdo a los procedimientos descritos para ortofosfato y nitrógeno de nitrato respectivamente.

**11. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo:** No aplica

## 12. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**12.1.** No se emite un reporte de resultado, ya que se procederá con las instrucciones de ortofosfatos para el análisis de fósforo total o las instrucciones de nitrógeno de nitrato para el análisis de nitrógeno total.

## 13. Referencias y/o Bibliografía:

**13.1.** Arocena, R., & Conde, D. (1999). Métodos en Ecología de aguas continentales. Con ejemplos de Limnología en Uruguay. Montevideo: Instituto de Biología sección Limnología.

**13.2.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

## 14. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-03-007 | Digestión para determinación simultanea de fosforo y nitrógeno total – Método de Valderrama | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 15. Control de Cambios

**15.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos

Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán

AMSA

# Procedimientos de ABSORCIÓN ATÓMICA

Este documento es propiedad exclusiva de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA, por lo que queda prohibida su reproducción sin autorización del mismo. Toda copia fuera del Sistema de Gestión de Calidad será considerada una **"COPIA NO CONTROLADA"**

## LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Arsénico Total en Digeridos

No. del Documento: **POE-AMSA-04-002** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 6**

### CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional en Metales | Julio Roberto Juárez Pernillo | | 29.08.18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

El presente procedimiento tiene por objeto establecer los lineamientos operativos para el desarrollo del análisis de arsénico en muestras digeridas, a desarrollarse en el Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lago, de AMSA.

## 2. Alcance

Muestras líquidas digeridas de para determinación de arsénico

## 3. Método de análisis

**3.1.** Espectrofotometría de absorción atómica en la modalidad de horno de grafito. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3113B-As

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la obtención de la concentración de arsénico total en digeridos. con destino a ser analizadas por presencia de metales en el área de absorción atómica.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** As: Arsénico.

**5.2.** $HNO_3$: ácido nítrico suprapuro.

**5.3.** Pd: Paladio.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-001 Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de muestras acuosas

**6.2.** POE-AMSA-02-008 Lavado de Cristalería

**6.3.** POE-AMSA-03-001 Purificación de Agua Suprapura.

**6.4.** POE-AMSA-04-001 Digestión Asistida por Microondas para Análisis por Absorción Atómica.

**6.5.** FMT-AMSA-04-003 Registro de análisis por Absorción atómica en horno de grafito y vapor frío

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos:

**7.1.1.** Ácido nítrico suprapuro al 60%.

**7.1.2.** Argón ultrapuro.
**7.1.3.** Dilución de ácido nítrico al 0.2%.
**7.1.4.** Dilución de Pd de 50.00 mg/L.

**7.2.** Patrones de referencia:
**7.2.1.** Dilución stock de As de 0.0600 mg/L.
**7.2.2.** Estándar de As trazable de 1000.00 mg/L.

**7.3.** Materiales
**7.3.1.** Balones aforados de 25.0 mL.
**7.3.2.** Pisetas con agua suprapura.
**7.3.3.** Viales de polipropileno desechables de 2.0 mL.
**7.3.4.** Viales vidrio de 10.0 mL.

**7.4.** Equipos
**7.4.1.** Computadora con el software SpectrAA 5.1 PRO en línea con el espectrofotómetro.
**7.4.2.** Espectrofotómetro de absorción atómica, con módulo de horno de grafito y automuestreador.
**7.4.3.** Pipeta graduable de 1000-100 µL con tips desechables.

**7.5.** Equipo de protección personal
**7.5.1.** Bata
**7.5.2.** Guantes.
**7.5.3.** Lentes de protección.
**7.5.4.** Máscara antigás con filtro para vapores ácidos y carbón activado.

## 8. Procedimiento

**8.1.** Verificación preliminar
**8.1.1.** La preparación de disoluciones que involucren el uso de ácido nítrico concentrado debe realizarse en la campana de extracción, con uso completo del equipo de seguridad personal.
**8.1.2.** Los análisis que involucren el uso del espectrofotómetro de absorción atómica deben realizarse en observancia continua de las medidas de salud y seguridad ocupacional, especialmente en el manejo del cilindro de gas argón y con el uso del extractor de gases durante el procedimiento.
**8.1.3.** Los residuos líquidos deben recolectarse en un bidón preparado e identificado para tal fin para posterior tratamiento especial.

**8.1.4.** Al desarrollarse en el ambiente de laboratorio, debe contarse con el registro diario de condiciones de operación del equipo.

**8.2.** Procedimiento de preparación del hardware espectrofotométrico:

**8.2.1.** Encender la computadora e ingresar al usuario "absorcion", clave: 12345678.

**8.2.2.** Encender el módulo central y el módulo del horno de grafito del espectrofotómetro.

**8.2.3.** Abrir las llaves de gas argón, registrar en la hoja de condiciones del equipo la presión inicial en psi.

**8.2.4.** De no estar colocada, colocar la lámpara de As en la posición 2.

**8.2.5.** Alimentar el carrusel del automuestreador con los viales identificados, cada uno con aproximadamente 1.0 mL de la muestra digerida correspondiente. Colocar blancos metodológicos al principio y al final de la corrida y controles cada 10 muestras.

**8.3.** Procedimiento de preparación del software espectrofotométrico:

**8.3.1.** Abrir el software SpectrAA y elegir las opciones: "Hoja de Trabajo"⇒"Nueva desde…"

**8.3.2.** Elegir una plantilla preprogramada con el método de análisis de arsénico.

**8.3.3.** Revisar si la lámpara se ha encendido al cargar la plantilla del método para arsénico. En caso negativo, encenderla en: "Utilidades del Horno"⇒"Encender lámparas".

**8.3.4.** Renombrar con la fecha del día y añadir al nombre la terminación 01 o el ordinal correspondiente.

**8.3.5.** En la pestaña "Etiquetas", numerar y nombrar las muestras según el orden que tienen en el carrusel del automuestreador.

**8.4.** Procedimiento de optimización de la señal de la lámpara:

**8.4.1.** Calentar la lámpara durante no menos de 10 minutos, o hasta que la señal se estabilice y no se aprecie disminución de la misma durante 5 minutos.

**8.4.2.** Realizar una evaluación de optimización de señal sin el cabezal del horno de grafito instalado, graduando los tornillos de la parte posterior de la conexión de la lámpara a modo de obtener la máxima señal en el indicador del software.

**8.4.3.** Repetir la optimización de la señal luego de instalar el cabezal del horno de grafito, graduando la altura y profundidad del bloque con los tornillos de ajuste manual.

**8.4.4.** Registrar el porcentaje de ganancia inicial de la lámpara en la hoja de condiciones del equipo FMT-AMSA-04-003 Registro de análisis por Absorción atómica en horno de grafito y vapor frío

**8.4.5.** Ajustar la posición del capilar del automuestreador.

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

**8.5.** Procedimiento de ajuste del capilar del automuestreador:

**8.5.1.** Colocar el automuestreador en la posición de sujeción del chasis del módulo principal, conectando el cable de datos y el tubo de argón al módulo del horno de grafito.

**8.5.2.** Llenar el depósito inferior con dilución de ácido nítrico al 0.2%.

**8.5.3.** Asegurándose que el tubo de desechos se encuentre conectado, ya sea en el botón de "Optimizar", o en el de "Utilidades del Horno", ubicar el botón de "Lavar", y presionarlo varias veces, a modo de llenar el estanque de lavado del capilar.

**8.5.4.** Ubicar el botón "Video Horno", ya sea en la ventana del botón "Optimizar", o en la pestaña de botones de control.

**8.5.5.** Ajustar la posición de ingreso del capilar al tubo de grafito asistiéndose de "Utilidades del Horno"⇒"Alinear", la imagen de video, los tornillos de ajuste y una lámpara.

**8.5.6.** Cuando el capilar esté correctamente alineado, colocar la chimenea de evacuación de gases.

**8.6.** Procedimiento de acondicionamiento del tubo:

**8.6.1.** Colocar en la posición 52 un vial de 10 mL con agua suprapura y en la posición 53, un vial de 10 mL con una dilución de Pd de 50 mg/L.

**8.6.2.** Encender el chiller y la campana de extracción.

**8.6.3.** Presionar "Utilidades del Horno"⇒"Acondicionar tubo", ajustando a 2 ciclos.

**8.6.4.** Verificar a través de la imagen de video que la muestra se evapore sin proyecciones.

**8.6.5.** Si existe señal analítica por suciedad en el tubo, repetir el procedimiento hasta obtener una línea base plana.

**8.7.** Procedimiento analítico:

**8.7.1.** Colocar en la posición 51 un vial con aproximadamente 1.0 mL de la dilución stock de As.

**8.7.2.** Presionar el botón "Empezar".

**8.7.3.** Verificar la lista de requisitos que aparece en pantalla y presionar "Ok".

**8.7.4.** Comprobar que la calibración arroje una curva de calibración válida y los resultados sean obtenidos sean numéricos. Si se recibe el resultado "UNCAL", se debe repetir la calibración.

**8.7.5.** Registrar en el formato del diagrama de control los resultados de los viales de control, asegurándose que cumplan con los límites establecidos.

**8.7.6.** Registrar los resultados de los viales de blancos metodológicos en el formato de cálculo de límite de detección.

**9. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo:** No Aplica

## 10. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**10.1.** Los resultados obtenidos deben reportarse en concentración (mg/L) en el formato FMT-AMSA-02-004. Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA que corresponda a la muestra analizada.

## 11. Referencias y/o Bibliografía:

**11.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**11.2.** Atomic Absorption Spectrophotometer (AA-240FS) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.3.** Programmable Sample Dispenser (PSD-120) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.4.** Graphite Tube Atomizer – GTA-110/GTA-120 Operation Manual. Varian Inc. Australia 2004.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-04-002 | Determinación de Arsénico Total en Digeridos | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

## LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Cadmio Total en Digeridos

No. del Documento: **POE-AMSA-04-003** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 6**

### CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional en Metales | Julio Roberto Juárez Pernillo | | 29.08.18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

El presente procedimiento tiene por objeto establecer los lineamientos operativos para el desarrollo del análisis de cadmio en muestras digeridas, a desarrollarse en el Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lago, de AMSA.

## 2. Alcance

Muestras líquidas digeridas de para determinación de cadmio

## 3. Método de análisis

**3.1.** Espectrofotometría de absorción atómica en la modalidad de horno de grafito. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3113B-Cd

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la obtención de la concentración de cadmio total en digeridos. con destino a ser analizadas por presencia de metales en el área de absorción atómica.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** Cd: Cadmio.

**5.2.** $HNO_3$: ácido nítrico suprapuro.

**5.3.** $NH_4H_2PO_4$: Fosfato monobásico de amonio.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-001 Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de muestras acuosas

**6.2.** POE-AMSA-02-008 Lavado de Cristalería

**6.3.** POE-AMSA-03-001 Purificación de Agua Suprapura.

**6.4.** POE-AMSA-04-001 Digestión Asistida por Microondas para Análisis por Absorción Atómica.

**6.5.** FMT-AMSA-04-003 Registro de análisis por Absorción atómica en horno de grafito y vapor frío

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos:

**7.1.1.** Ácido nítrico suprapuro al 60%.

**7.1.2.** Argón ultrapuro.

**7.1.3.** Dilución de ácido nítrico al 0.2%.

**7.1.4.** Dilución de $NH_4H_2PO_4$ de 5000.00 mg/L.

**7.2.** Patrones de referencia:

**7.2.1.** Dilución stock de Cd de 0.0100 mg/L.

**7.2.2.** Estándar de Cd trazable de 1000.00 mg/L.

**7.3.** Materiales

**7.3.1.** Balones aforados de 25.0 mL.

**7.3.2.** Pisetas con agua suprapura.

**7.3.3.** Viales de polipropileno desechables de 2.0 mL.

**7.3.4.** Viales vidrio de 10.0 mL.

**7.4.** Equipos

**7.4.1.** Computadora con el software SpectrAA 5.1 PRO en línea con el espectrofotómetro.

**7.4.2.** Espectrofotómetro de absorción atómica, con módulo de horno de grafito y automuestreador.

**7.4.3.** Pipeta graduable de 1000-100 µL con tips desechables.

**7.5.** Equipo de protección personal

**7.5.1.** Bata

**7.5.2.** Guantes.

**7.5.3.** Lentes de protección.

**7.5.4.** Máscara antigás con filtro para vapores ácidos y carbón activado.

## 8. Procedimiento

**8.1.** Verificación preliminar

**8.1.1.** La preparación de disoluciones que involucren el uso de ácido nítrico concentrado debe realizarse en la campana de extracción, con uso completo del equipo de seguridad personal.

**8.1.2.** Los análisis que involucren el uso del espectrofotómetro de absorción atómica deben realizarse en observancia continua de las medidas de salud y seguridad ocupacional, especialmente en el manejo del cilindro de gas argón y con el uso del extractor de gases durante el procedimiento.

**8.1.3.** Los residuos líquidos deben recolectarse en un bidón preparado e identificado para tal fin para posterior tratamiento especial.

**8.1.4.** Al desarrollarse en el ambiente de laboratorio, debe contarse con el registro diario de condiciones de operación del equipo.

**8.2.** Procedimiento de preparación del hardware espectrofotométrico:

**8.2.1.** Encender la computadora e ingresar al usuario "absorcion", clave: 12345678.

**8.2.2.** Encender el módulo central y el módulo del horno de grafito del espectrofotómetro.

**8.2.3.** Abrir las llaves de gas argón, registrar en la hoja de condiciones del equipo la presión inicial en psi.

**8.2.4.** De no estar colocada, colocar la lámpara de Cd en la posición 1.

**8.2.5.** Alimentar el carrusel del automuestreador con los viales identificados, cada uno con aproximadamente 1.0 mL de la muestra digerida correspondiente. Colocar blancos metodológicos al principio y al final de la corrida y controles cada 10 muestras.

**8.3.** Procedimiento de preparación del software espectrofotométrico:

**8.3.1.** Abrir el software SpectrAA y elegir las opciones: "Hoja de Trabajo"⇒"Nueva desde…"

**8.3.2.** Elegir una plantilla preprogramada con el método de análisis de cadmio.

**8.3.3.** Revisar si la lámpara se ha encendido al cargar la plantilla del método para cadmio. En caso negativo, encenderla en: "Utilidades del Horno"⇒"Encender lámparas".

**8.3.4.** Renombrar con la fecha del día y añadir al nombre la terminación 01 o el ordinal correspondiente.

**8.3.5.** En la pestaña "Etiquetas", numerar y nombrar las muestras según el orden que tienen en el carrusel del automuestreador.

**8.4.** Procedimiento de optimización de la señal de la lámpara:

**8.4.1.** Calentar la lámpara durante no menos de 10 minutos, o hasta que la señal se estabilice y no se aprecie disminución de la misma durante 5 minutos.

**8.4.2.** Realizar una evaluación de optimización de señal sin el cabezal del horno de grafito instalado, graduando los tornillos de la parte posterior de la conexión de la lámpara a modo de obtener la máxima señal en el indicador del software.

**8.4.3.** Repetir la optimización de la señal luego de instalar el cabezal del horno de grafito, graduando la altura y profundidad del bloque con los tornillos de ajuste manual.

**8.4.4.** Registrar el porcentaje de ganancia inicial de la lámpara en la hoja de condiciones del equipo FMT-AMSA-04-003. Registro de análisis por Absorción atómica en horno de grafito y vapor frío

**8.4.5.** Ajustar la posición del capilar del automuestreador.

**8.5.** Procedimiento de ajuste del capilar del automuestreador:

**8.5.1.** Colocar el automuestreador en la posición de sujeción del chasis del módulo principal, conectando el cable de datos y el tubo de argón al módulo del horno de grafito.

**8.5.2.** Llenar el depósito inferior con dilución de ácido nítrico al 0.2%.

**8.5.3.** Asegurándose que el tubo de desechos se encuentre conectado, ya sea en el botón de "Optimizar", o en el de "Utilidades del Horno", ubicar el botón de "Lavar", y presionarlo varias veces, a modo de llenar el estanque de lavado del capilar.

**8.5.4.** Ubicar el botón "Video Horno", ya sea en la ventana del botón "Optimizar", o en la pestaña de botones de control.

**8.5.5.** Ajustar la posición de ingreso del capilar al tubo de grafito asistiéndose de "Utilidades del Horno"⇒"Alinear", la imagen de video, los tornillos de ajuste y una lámpara.

**8.5.6.** Cuando el capilar esté correctamente alineado, colocar la chimenea de evacuación de gases.

**8.6.** Procedimiento de acondicionamiento del tubo:

**8.6.1.** Colocar en la posición 52 un vial de 10 mL con agua suprapura y en la posición 53, un vial de 10 mL con una dilución de $NH_4H_2PO_4$ de 5000 mg/L.

**8.6.2.** Encender el chiller y la campana de extracción.

**8.6.3.** Presionar "Utilidades del Horno"⇒"Acondicionar tubo", ajustando a 2 ciclos.

**8.6.4.** Verificar a través de la imagen de video que la muestra se evapore sin proyecciones.

**8.6.5.** Si existe señal analítica por suciedad en el tubo, repetir el procedimiento hasta obtener una línea base plana.

**8.7.** Procedimiento analítico:

**8.7.1.** Colocar en la posición 51 un vial con aproximadamente 1.0 mL de la dilución stock de Cd.

**8.7.2.** Presionar el botón "Empezar".

**8.7.3.** Verificar la lista de requisitos que aparece en pantalla y presionar "Ok".

**8.7.4.** Comprobar que la calibración arroje una curva de calibración válida y los resultados sean obtenidos sean numéricos. Si se recibe el resultado "UNCAL", se debe repetir la calibración.

**8.7.5.** Registrar en el formato del diagrama de control los resultados de los viales de control, asegurándose que cumplan con los límites establecidos.

**8.7.6.** Registrar los resultados de los viales de blancos metodológicos en el formato de cálculo de límite de detección.

**9. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo:** No Aplica

## 10. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**10.1.** Los resultados obtenidos deben reportarse en concentración (mg/L) en el formato FMT-AMSA-02-004. Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA que corresponda a la muestra analizada.

## 11. Referencias y/o Bibliografía:

**11.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**11.2.** Atomic Absorption Spectrophotometer (AA-240FS) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.3.** Programmable Sample Dispenser (PSD-120) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.4.** Graphite Tube Atomizer – GTA-110/GTA-120 Operation Manual. Varian Inc. Australia 2004.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-04-003 | Determinación de Cadmio Total en Digeridos | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

## LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Cromo Total en Digeridos

No. del Documento: **POE-AMSA-04-004** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 6**

### CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional en Metales | Julio Roberto Juárez Pernillo | | 29.08.18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

El presente procedimiento tiene por objeto establecer los lineamientos operativos para el desarrollo del análisis de cromo en muestras digeridas, a desarrollarse en el Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lago, de AMSA.

## 2. Alcance

Muestras líquidas digeridas de para determinación de cromo

## 3. Método de análisis

**3.1.** Espectrofotometría de absorción atómica en la modalidad de horno de grafito. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3113B-Cr

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la obtención de la concentración de cromo total en digeridos. con destino a ser analizadas por presencia de metales en el área de absorción atómica.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** Cr: Cromo.

**5.2.** $HNO_3$: ácido nítrico suprapuro.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-001 Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de muestras acuosas

**6.2.** POE-AMSA-02-008 Lavado de Cristalería

**6.3.** POE-AMSA-03-001 Purificación de Agua Suprapura.

**6.4.** POE-AMSA-04-001 Digestión Asistida por Microondas para Análisis por Absorción Atómica.

**6.5.** FMT-AMSA-04-003 Registro de análisis por Absorción atómica en horno de grafito y vapor frío

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos:

**7.1.1.** Ácido nítrico suprapuro al 60%.

**7.1.2.** Argón ultrapuro.

**7.1.3.** Dilución de ácido nítrico al 0.2%.

**7.2.** Patrones de referencia:

**7.2.1.** Estándar de Cr trazable de 1000.00 mg/L.

**7.2.2.** Dilución stock de Cr de 0.0100 mg/L.

**7.3.** Materiales

**7.3.1.** Balones aforados de 25.0 mL.

**7.3.2.** Pisetas con agua suprapura.

**7.3.3.** Viales de polipropileno desechables de 2.0 mL.

**7.3.4.** Viales vidrio de 10.0 mL.

**7.4.** Equipos

**7.4.1.** Computadora con el software SpectrAA 5.1 PRO en línea con el espectrofotómetro.

**7.4.2.** Espectrofotómetro de absorción atómica, con módulo de horno de grafito y automuestreador.

**7.4.3.** Pipeta graduable de 1000-100 µL con tips desechables.

**7.5.** Equipo de protección personal

**7.5.1.** Bata

**7.5.2.** Guantes.

**7.5.3.** Lentes de protección.

**7.5.4.** Máscara antigás con filtro para vapores ácidos y carbón activado.

## 8. Procedimiento

**8.1.** Verificación preliminar

**8.1.1.** La preparación de disoluciones que involucren el uso de ácido nítrico concentrado debe realizarse en la campana de extracción, con uso completo del equipo de seguridad personal.

**8.1.2.** Los análisis que involucren el uso del espectrofotómetro de absorción atómica deben realizarse en observancia continua de las medidas de salud y seguridad ocupacional, especialmente en el manejo del cilindro de gas argón y con el uso del extractor de gases durante el procedimiento.

**8.1.3.** Los residuos líquidos deben recolectarse en un bidón preparado e identificado para tal fin para posterior tratamiento especial.

**8.1.4.** Al desarrollarse en el ambiente de laboratorio, debe contarse con el registro diario de condiciones de operación del equipo.

**8.2.** Procedimiento de preparación del hardware espectrofotométrico:

**8.2.1.** Encender la computadora e ingresar al usuario "absorcion", clave: 12345678.

**8.2.2.** Encender el módulo central y el módulo del horno de grafito del espectrofotómetro.

**8.2.3.** Abrir las llaves de gas argón, registrar en la hoja de condiciones del equipo la presión inicial en psi.

**8.2.4.** De no estar colocada, colocar la lámpara de Cr en la posición 4.

**8.2.5.** Alimentar el carrusel del automuestreador con los viales identificados, cada uno con aproximadamente 1.0 mL de la muestra digerida correspondiente. Colocar blancos metodológicos al principio y al final de la corrida y controles cada 10 muestras.

**8.3.** Procedimiento de preparación del software espectrofotométrico:

**8.3.1.** Abrir el software SpectrAA y elegir las opciones: "Hoja de Trabajo"⇒"Nueva desde…"

**8.3.2.** Elegir una plantilla preprogramada con el método de análisis de cromo.

**8.3.3.** Revisar si la lámpara se ha encendido al cargar la plantilla del método para cromo. En caso negativo, encenderla en: "Utilidades del Horno"⇒"Encender lámparas".

**8.3.4.** Renombrar con la fecha del día y añadir al nombre la terminación 01 o el ordinal correspondiente.

**8.3.5.** En la pestaña "Etiquetas", numerar y nombrar las muestras según el orden que tienen en el carrusel del automuestreador.

**8.4.** Procedimiento de optimización de la señal de la lámpara:

**8.4.1.** Calentar la lámpara durante no menos de 10 minutos, o hasta que la señal se estabilice y no se aprecie disminución de la misma durante 5 minutos.

**8.4.2.** Realizar una evaluación de optimización de señal sin el cabezal del horno de grafito instalado, graduando los tornillos de la parte posterior de la conexión de la lámpara a modo de obtener la máxima señal en el indicador del software.

**8.4.3.** Repetir la optimización de la señal luego de instalar el cabezal del horno de grafito, graduando la altura y profundidad del bloque con los tornillos de ajuste manual.

**8.4.4.** Registrar el porcentaje de ganancia inicial de la lámpara en la hoja de condiciones del equipo FMT-AMSA-04-003. Registro de análisis por Absorción atómica en horno de grafito y vapor frío

**8.4.5.** Ajustar la posición del capilar del automuestreador.

**8.5.** Procedimiento de ajuste del capilar del automuestreador:

**8.5.1.** Colocar el automuestreador en la posición de sujeción del chasis del módulo principal, conectando el cable de datos y el tubo de argón al módulo del horno de grafito.

**8.5.2.** Llenar el depósito inferior con dilución de ácido nítrico al 0.2%.

**8.5.3.** Asegurándose que el tubo de desechos se encuentre conectado, ya sea en el botón de "Optimizar", o en el de "Utilidades del Horno", ubicar el botón de "Lavar", y presionarlo varias veces, a modo de llenar el estanque de lavado del capilar.

**8.5.4.** Ubicar el botón "Video Horno", ya sea en la ventana del botón "Optimizar", o en la pestaña de botones de control.

**8.5.5.** Ajustar la posición de ingreso del capilar al tubo de grafito asistiéndose de "Utilidades del Horno"⇒"Alinear", la imagen de video, los tornillos de ajuste y una lámpara.

**8.5.6.** Cuando el capilar esté correctamente alineado, colocar la chimenea de evacuación de gases.

**8.6.** Procedimiento de acondicionamiento del tubo:

**8.6.1.** Colocar en la posición 52 un vial de 10 mL con agua suprapura.

**8.6.2.** Encender el chiller y la campana de extracción.

**8.6.3.** Presionar "Utilidades del Horno"⇒"Acondicionar tubo", ajustando a 2 ciclos.

**8.6.4.** Verificar a través de la imagen de video que la muestra se evapore sin proyecciones.

**8.6.5.** Si existe señal analítica por suciedad en el tubo, repetir el procedimiento hasta obtener una línea base plana.

**8.7.** Procedimiento analítico:

**8.7.1.** Colocar en la posición 51 un vial con aproximadamente 1.0 mL de la dilución stock de Cr.

**8.7.2.** Presionar el botón "Empezar".

**8.7.3.** Verificar la lista de requisitos que aparece en pantalla y presionar "Ok".

**8.7.4.** Comprobar que la calibración arroje una curva de calibración válida y los resultados sean obtenidos sean numéricos. Si se recibe el resultado "UNCAL", se debe repetir la calibración.

**8.7.5.** Registrar en el formato del diagrama de control los resultados de los viales de control, asegurándose que cumplan con los límites establecidos.

**8.7.6.** Registrar los resultados de los viales de blancos metodológicos en el formato de cálculo de límite de detección.

## 9. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo: No Aplica

## 10. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**10.1.** Los resultados obtenidos deben reportarse en concentración (mg/L) en el formato FMT-AMSA-02-004. Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA que corresponda a la muestra analizada.

## 11. Referencias y/o Bibliografía:

**11.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**11.2.** Atomic Absorption Spectrophotometer (AA-240FS) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.3.** Programmable Sample Dispenser (PSD-120) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.4.** Graphite Tube Atomizer – GTA-110/GTA-120 Operation Manual. Varian Inc. Australia 2004.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-04-004 | Determinación de Cromo Total en Digeridos | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

**LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS**
**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Cobre Total en Digeridos

No. del Documento: **POE-AMSA-04-005** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 6**

## CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional en Metales | Julio Roberto Juárez Pernillo | | 29.08.18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/18 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

El presente procedimiento tiene por objeto establecer los lineamientos operativos para el desarrollo del análisis de cobre en muestras digeridas, a desarrollarse en el Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lago, de AMSA.

## 2. Alcance

Muestras líquidas digeridas de para determinación de cobre

## 3. Método de análisis

**3.1.** Espectrofotometría de absorción atómica en la modalidad de llama. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3111B-Cu

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la obtención de la concentración de cobre total en digeridos. con destino a ser analizadas por presencia de metales en el área de absorción atómica.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** Cu: Cobre.

**5.2.** $HNO_3$: ácido nítrico suprapuro.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-001 Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de muestras acuosas

**6.2.** POE-AMSA-02-008 Lavado de Cristalería

**6.3.** POE-AMSA-03-001 Purificación de Agua Suprapura.

**6.4.** POE-AMSA-04-001 Digestión Asistida por Microondas para Análisis por Absorción Atómica.

**6.5.** FMT-AMSA-04-002 Registro de análisis por Absorción atómica en llama

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos:

**7.1.1.** Ácido nítrico suprapuro al 60%.

**7.1.2.** Acetileno grado industrial.

**7.1.3.** Compresor con depósito de aire comprimido.

**7.2.** Patrones de referencia:

**7.2.1.** Estándar de Cu trazable de 1000.00 mg/L.

**7.2.2.** Diluciones stock de Cu de 0.2000, 1.0000 y 2.0000 mg/L.

**7.3.** Materiales

**7.3.1.** Balones aforados de 25.0 mL y 50.0 mL.

**7.3.2.** Beakers de vidrio de 100.0 mL y 250.0 mL.

**7.3.3.** Pisetas con agua suprapura.

**7.4.** Equipos

**7.4.1.** Computadora con el software SpectrAA 5.1 PRO en línea con el espectrofotómetro.

**7.4.2.** Espectrofotómetro de absorción atómica, con módulo de horno de grafito y automuestreador.

**7.4.3.** Pipeta graduable de 1000-100 µL con tips desechables.

**7.5.** Equipo de protección personal

**7.5.1.** Bata

**7.5.2.** Guantes.

**7.5.3.** Lentes de protección.

**7.5.4.** Máscara antigás con filtro para vapores ácidos y carbón activado.

## 8. Procedimiento

**8.1.** Verificación preliminar

**8.1.1.** La preparación de disoluciones que involucren el uso de ácido nítrico concentrado debe realizarse en la campana de extracción, con uso completo del equipo de seguridad personal.

**8.1.2.** Los análisis que involucren el uso del espectrofotómetro de absorción atómica deben realizarse en observancia continua de las medidas de salud y seguridad ocupacional, especialmente en el manejo del cilindro de gas argón y con el uso del extractor de gases durante el procedimiento.

**8.1.3.** Los residuos líquidos deben recolectarse en un bidón preparado e identificado para tal fin para posterior tratamiento especial.

**8.1.4.** Al desarrollarse en el ambiente de laboratorio, debe contarse con el registro diario de condiciones de operación del equipo.

**8.2.** Procedimiento de preparación del hardware espectrofotométrico:

**8.2.1.** Encender la computadora e ingresar al usuario "absorcion", clave: 12345678.

**8.2.2.** Encender el módulo central.

**8.2.3.** Abrir las llaves de gas acetileno y de aire comprimido del compresor, registrar en el formato la presión inicial en psi del acetileno.

**8.2.4.** De no estar colocada, colocar la lámpara de Cu en la posición 1.

**8.2.5.** Instalar el módulo de atomización, el quemador y el tubo de drenaje de desechos.

**8.3.** Procedimiento de preparación del software espectrofotométrico:

**8.3.1.** Abrir el software SpectrAA y elegir las opciones: "Hoja de Trabajo"⇒"Nueva desde…"

**8.3.2.** Elegir una plantilla preprogramada con el método de análisis de cobre.

**8.3.3.** Revisar si la lámpara se ha encendido al cargar la plantilla del método para cobre. En caso negativo, encenderla en: "Utilidades del Horno"⇒"Encender lámparas".

**8.3.4.** Renombrar con la fecha del día y añadir al nombre la terminación 01 o el ordinal correspondiente.

**8.3.5.** En la pestaña "Etiquetas", numerar y nombrar las muestras según el orden que tendrán durante el análisis. Declarar factores de dilución cuando aplique.

**8.4.** Procedimiento de optimización de la señal de la lámpara:

**8.4.1.** Calentar la lámpara durante no menos de 10 minutos, o hasta que la señal se estabilice y no se aprecie disminución de la misma durante 5 minutos.

**8.4.2.** Alinear la posición del quemador utilizando una tarjeta de alineación y los tornillos de ajuste manual de altura y profundidad del bloque.

**8.4.3.** Colocar el escudo de protección de llama y la chimenea de evacuación de gases en el chasis del módulo central.

**8.4.4.** Sumergir el tubo de succión en agua suprapura contenida en un beaker de 250.0 mL.

**8.4.5.** Presionar el botón de ignición y realizar una optimización de la señal.

**8.4.6.** Registrar el porcentaje de ganancia inicial de la lámpara en el formulario FMT-AMSA-04-002. Registro de análisis por Absorción atómica en llama

**8.5.** Procedimiento analítico:

**8.5.1.** Presionar el botón "Empezar".

**8.5.2.** Verificar la lista de requisitos que aparece en pantalla y presionar "Ok".

**8.5.3.** Alimentar el tubo de succión con las diluciones correspondientes a 0.2000, 1.0000 y 2.0000 mg/L de Cu, correspondientes a los estándares 1, 2 y 3.

**8.5.4.** Comprobar que la calibración arroje una curva de calibración válida y los resultados sean obtenidos sean numéricos. Si se recibe el resultado "UNCAL", se debe repetir la calibración.

**8.5.5.** Continuar la alimentación del tubo de succión con las muestras correspondientes que el programa vaya solicitando. Colocar blancos metodológicos al principio y al final de la corrida y controles de 1.000 mg/L cada 10 muestras.

**8.5.6.** Registrar en el formato del diagrama de control los resultados de los viales de control, asegurándose que cumplan con los límites establecidos.

**8.5.7.** Registrar los resultados de los blancos en el formato de cálculo de límite de detección.

## 9. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo: No Aplica

## 10. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**10.1.** Los resultados obtenidos deben reportarse en concentración (mg/L) en el formato FMT-AMSA-02-004. Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA que corresponda a la muestra analizada.

## 11. Referencias y/o Bibliografía:

**11.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**11.2.** Atomic Absorption Spectrophotometer (AA-240FS) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.3.** Programmable Sample Dispenser (PSD-120) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.4.** Graphite Tube Atomizer – GTA-110/GTA-120 Operation Manual. Varian Inc. Australia 2004.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-04-005 | Determinación de Cobre Total en Digeridos | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Hierro Total en Digeridos

No. del Documento: **POE-AMSA-04-006** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 6**

### CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional en Metales | Julio Roberto Juárez Pernillo | | 29.08.18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPUBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLAN – LABORATORIO DE AGUAS Y SOLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLAN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

El presente procedimiento tiene por objeto establecer los lineamientos operativos para el desarrollo del análisis de hierro en muestras digeridas, a desarrollarse en el Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lago, de AMSA.

## 2. Alcance

Muestras líquidas digeridas de para determinación de hierro

## 3. Método de análisis

**3.1.** Espectrofotometría de absorción atómica en la modalidad de llama. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3111B-Fe

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la obtención de la concentración de hierro total en digeridos. con destino a ser analizadas por presencia de metales en el área de absorción atómica.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** Fe: Hierro.

**5.2.** $HNO_3$: ácido nítrico suprapuro.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-001 Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de muestras acuosas

**6.2.** POE-AMSA-02-008 Lavado de Cristalería

**6.3.** POE-AMSA-03-001 Purificación de Agua Suprapura.

**6.4.** POE-AMSA-04-001 Digestión Asistida por Microondas para Análisis por Absorción Atómica.

**6.5.** FMT-AMSA-04-002 Registro de análisis por Absorción atómica en llama

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos:

**7.1.1.** Ácido nítrico suprapuro al 60%.

**7.1.2.** Acetileno grado industrial.

**7.1.3.** Compresor con depósito de aire comprimido.

**7.2.** Patrones de referencia:

**7.2.1.** Estándar de Fe trazable de 1000.00 mg/L.

**7.2.2.** Diluciones stock de Fe de 1.2500, 2.5000 y 5.0000 mg/L.

**7.3.** Materiales

**7.3.1.** Balones aforados de 25.0 mL y 50.0 mL.

**7.3.2.** Beakers de vidrio de 100.0 mL y 250.0 mL.

**7.3.3.** Pisetas con agua suprapura.

**7.4.** Equipos

**7.4.1.** Computadora con el software SpectrAA 5.1 PRO en línea con el espectrofotómetro.

**7.4.2.** Espectrofotómetro de absorción atómica, con módulo de horno de grafito y automuestreador.

**7.4.3.** Pipeta graduable de 1000-100 µL con tips desechables.

**7.5.** Equipo de protección personal

**7.5.1.** Bata

**7.5.2.** Guantes.

**7.5.3.** Lentes de protección.

**7.5.4.** Máscara antigás con filtro para vapores ácidos y carbón activado.

## 8. Procedimiento

**8.1.** Verificación preliminar

**8.1.1.** La preparación de disoluciones que involucren el uso de ácido nítrico concentrado debe realizarse en la campana de extracción, con uso completo del equipo de seguridad personal.

**8.1.2.** Los análisis que involucren el uso del espectrofotómetro de absorción atómica deben realizarse en observancia continua de las medidas de salud y seguridad ocupacional, especialmente en el manejo del cilindro de gas argón y con el uso del extractor de gases durante el procedimiento.

**8.1.3.** Los residuos líquidos deben recolectarse en un bidón preparado e identificado para tal fin para posterior tratamiento especial.

**8.1.4.** Al desarrollarse en el ambiente de laboratorio, debe contarse con el registro diario de condiciones de operación del equipo.

**8.2.** Procedimiento de preparación del hardware espectrofotométrico:

**8.2.1.** Encender la computadora e ingresar al usuario "absorcion", clave: 12345678.

**8.2.2.** Encender el módulo central.

**8.2.3.** Abrir las llaves de gas acetileno y de aire comprimido del compresor, registrar en el formato la presión inicial en psi del acetileno.

**8.2.4.** De no estar colocada, colocar la lámpara de Fe en la posición 4.

**8.2.5.** Instalar el módulo de atomización, el quemador y el tubo de drenaje de desechos.

**8.3.** Procedimiento de preparación del software espectrofotométrico:

**8.3.1.** Abrir el software SpectrAA y elegir las opciones: "Hoja de Trabajo"⇒"Nueva desde…"

**8.3.2.** Elegir una plantilla preprogramada con el método de análisis de hierro.

**8.3.3.** Revisar si la lámpara se ha encendido al cargar la plantilla del método para hierro. En caso negativo, encenderla en: "Utilidades del Horno"⇒"Encender lámparas".

**8.3.4.** Renombrar con la fecha del día y añadir al nombre la terminación 01 o el ordinal correspondiente.

**8.3.5.** En la pestaña "Etiquetas", numerar y nombrar las muestras según el orden que tendrán durante el análisis. Declarar factores de dilución cuando aplique.

**8.4.** Procedimiento de optimización de la señal de la lámpara:

**8.4.1.** Calentar la lámpara durante no menos de 10 minutos, o hasta que la señal se estabilice y no se aprecie disminución de la misma durante 5 minutos.

**8.4.2.** Alinear la posición del quemador utilizando una tarjeta de alineación y los tornillos de ajuste manual de altura y profundidad del bloque.

**8.4.3.** Colocar el escudo de protección de llama y la chimenea de evacuación de gases en el chasis del módulo central.

**8.4.4.** Sumergir el tubo de succión en agua suprapura contenida en un beaker de 250.0 mL.

**8.4.5.** Presionar el botón de ignición y realizar una optimización de la señal.

**8.4.6.** Registrar el porcentaje de ganancia inicial de la lámpara en el formulario FMT-AMSA-04-002. Registro de análisis por Absorción atómica en llama

**8.5.** Procedimiento analítico:

**8.5.1.** Presionar el botón "Empezar".

**8.5.2.** Verificar la lista de requisitos que aparece en pantalla y presionar "Ok".

**8.5.3.** Alimentar el tubo de succión con las diluciones correspondientes a 1.2500, 2.5000 y 5.0000 mg/L de Fe, correspondientes a los estándares 1, 2 y 3.

**8.5.4.** Comprobar que la calibración arroje una curva de calibración válida y los resultados sean obtenidos sean numéricos. Si se recibe el resultado "UNCAL", se debe repetir la calibración.

**8.5.5.** Continuar la alimentación del tubo de succión con las muestras correspondientes que el programa vaya solicitando. Colocar blancos metodológicos al principio y al final de la corrida y controles de 1.000 mg/L cada 10 muestras.

**8.5.6.** Registrar en el formato del diagrama de control los resultados de los viales de control, asegurándose que cumplan con los límites establecidos.

**8.5.7.** Registrar los resultados de los blancos en el formato de cálculo de límite de detección.

## 9. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo: No Aplica

## 10. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**10.1.** Los resultados obtenidos deben reportarse en concentración (mg/L) en el formato FMT-AMSA-02-004. Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA que corresponda a la muestra analizada.

## 11. Referencias y/o Bibliografía:

**11.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**11.2.** Atomic Absorption Spectrophotometer (AA-240FS) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.3.** Programmable Sample Dispenser (PSD-120) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.4.** Graphite Tube Atomizer – GTA-110/GTA-120 Operation Manual. Varian Inc. Australia 2004.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-04-006 | Determinación de Hierro Total en Digeridos | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

**LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS**
**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Níquel Total en Digeridos

No. del Documento: **POE-AMSA-04-007** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 6**

## CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional en Metales | Julio Roberto Juárez Pernillo | | 24.08.18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/18 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/18 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – GUATEMALA, C.A. – AMSA

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

El presente procedimiento tiene por objeto establecer los lineamientos operativos para el desarrollo del análisis de níquel en muestras digeridas, a desarrollarse en el Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lago, de AMSA.

## 2. Alcance

Muestras líquidas digeridas de para determinación de níquel

## 3. Método de análisis

**3.1.** Espectrofotometría de absorción atómica en la modalidad de llama. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3111B-Ni

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la obtención de la concentración de níquel total en digeridos. con destino a ser analizadas por presencia de metales en el área de absorción atómica.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** Ni: Níquel.

**5.2.** $HNO_3$: ácido nítrico suprapuro.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-001 Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de muestras acuosas

**6.2.** POE-AMSA-02-008 Lavado de Cristalería

**6.3.** POE-AMSA-03-001 Purificación de Agua Suprapura.

**6.4.** POE-AMSA-04-001 Digestión Asistida por Microondas para Análisis por Absorción Atómica.

**6.5.** FMT-AMSA-04-002 Registro de análisis por Absorción atómica en llama

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos:

**7.1.1.** Ácido nítrico suprapuro al 60%.

**7.1.2.** Acetileno grado industrial.

**7.1.3.** Compresor con depósito de aire comprimido.

**7.2.** Patrones de referencia:

**7.2.1.** Estándar de Ni trazable de 1000.00 mg/L.

**7.2.2.** Diluciones stock de Ni de 1.5000, 3.0000 y 6.0000 mg/L.

**7.3.** Materiales

**7.3.1.** Balones aforados de 25.0 mL y 50.0 mL.

**7.3.2.** Beakers de vidrio de 100.0 mL y 250.0 mL.

**7.3.3.** Pisetas con agua suprapura.

**7.4.** Equipos

**7.4.1.** Computadora con el software SpectrAA 5.1 PRO en línea con el espectrofotómetro.

**7.4.2.** Espectrofotómetro de absorción atómica, con módulo de horno de grafito y automuestreador.

**7.4.3.** Pipeta graduable de 1000-100 µL con tips desechables.

**7.5.** Equipo de protección personal

**7.5.1.** Bata

**7.5.2.** Guantes.

**7.5.3.** Lentes de protección.

**7.5.4.** Máscara antigás con filtro para vapores ácidos y carbón activado.

## 8. Procedimiento

**8.1.** Verificación preliminar

**8.1.1.** La preparación de disoluciones que involucren el uso de ácido nítrico concentrado debe realizarse en la campana de extracción, con uso completo del equipo de seguridad personal.

**8.1.2.** Los análisis que involucren el uso del espectrofotómetro de absorción atómica deben realizarse en observancia continua de las medidas de salud y seguridad ocupacional, especialmente en el manejo del cilindro de gas argón y con el uso del extractor de gases durante el procedimiento.

**8.1.3.** Los residuos líquidos deben recolectarse en un bidón preparado e identificado para tal fin para posterior tratamiento especial.

**8.1.4.** Al desarrollarse en el ambiente de laboratorio, debe contarse con el registro diario de condiciones de operación del equipo.

**8.2.** Procedimiento de preparación del hardware espectrofotométrico:

**8.2.1.** Encender la computadora e ingresar al usuario "absorcion", clave: 12345678.

**8.2.2.** Encender el módulo central.

**8.2.3.** Abrir las llaves de gas acetileno y de aire comprimido del compresor, registrar en el formato la presión inicial en psi del acetileno.

**8.2.4.** De no estar colocada, colocar la lámpara de Ni en la posición 4.

**8.2.5.** Instalar el módulo de atomización, el quemador y el tubo de drenaje de desechos.

**8.3.** Procedimiento de preparación del software espectrofotométrico:

**8.3.1.** Abrir el software SpectrAA y elegir las opciones: "Hoja de Trabajo"⇒"Nueva desde…"

**8.3.2.** Elegir una plantilla preprogramada con el método de análisis de níquel.

**8.3.3.** Revisar si la lámpara se ha encendido al cargar la plantilla del método para níquel. En caso negativo, encenderla en: "Utilidades del Horno"⇒"Encender lámparas".

**8.3.4.** Renombrar con la fecha del día y añadir al nombre la terminación 01 o el ordinal correspondiente.

**8.3.5.** En la pestaña "Etiquetas", numerar y nombrar las muestras según el orden que tienen en el carrusel del automuestreador.

**8.4.** Procedimiento de optimización de la señal de la lámpara:

**8.4.1.** Calentar la lámpara durante no menos de 10 minutos, o hasta que la señal se estabilice y no se aprecie disminución de la misma durante 5 minutos.

**8.4.2.** Alinear la posición del quemador utilizando una tarjeta de alineación y los tornillos de ajuste manual de altura y profundidad del bloque.

**8.4.3.** Colocar el escudo de protección de llama y la chimenea de evacuación de gases en el chasis del módulo central.

**8.4.4.** Sumergir el tubo de succión en agua suprapura contenida en un beaker de 250.0 mL.

**8.4.5.** Presionar el botón de ignición y realizar una optimización de la señal.

**8.4.6.** Registrar el porcentaje de ganancia inicial de la lámpara en el formulario FMT-AMSA-04-002. Registro de análisis por Absorción atómica en llama

**8.5.** Procedimiento analítico:

**8.5.1.** Presionar el botón "Empezar".

**8.5.2.** Verificar la lista de requisitos que aparece en pantalla y presionar "Ok".

**8.5.3.** Alimentar el tubo de succión con las diluciones correspondientes a 1.5000, 3.0000 y 6.0000 mg/L de Ni, correspondientes a los estándares 1, 2 y 3.

**8.5.4.** Comprobar que la calibración arroje una curva de calibración válida y los resultados sean obtenidos sean numéricos. Si se recibe el resultado "UNCAL", se debe repetir la calibración.

**8.5.5.** Continuar la alimentación del tubo de succión con las muestras correspondientes que el programa vaya solicitando. Colocar blancos metodológicos al principio y al final de la corrida y controles de 1.000 mg/L cada 10 muestras.

**8.5.6.** Registrar en el formato del diagrama de control los resultados de los viales de control, asegurándose que cumplan con los límites establecidos.

**8.5.7.** Registrar los resultados de los blancos en el formato de cálculo de límite de detección.

## 9. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo: No Aplica

## 10. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**10.1.** Los resultados obtenidos deben reportarse en concentración (mg/L) en el formato FMT-AMSA-02-004. Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA que corresponda a la muestra analizada.

## 11. Referencias y/o Bibliografía:

**11.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**11.2.** Atomic Absorption Spectrophotometer (AA-240FS) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.3.** Programmable Sample Dispenser (PSD-120) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.4.** Graphite Tube Atomizer – GTA-110/GTA-120 Operation Manual. Varian Inc. Australia 2004.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-04-007 | Determinación de Níquel Total en Digeridos | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Cinc Total en Digeridos

No. del Documento: **POE-AMSA-04-008** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 6**

### CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional en Metales | Julio Roberto Juárez Pernillo | | 29.08.18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/18 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA – AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS – AMSA – GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN – AMSA – CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

El presente procedimiento tiene por objeto establecer los lineamientos operativos para el desarrollo del análisis de Cinc en muestras digeridas, a desarrollarse en el Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lago, de AMSA.

## 2. Alcance

Muestras líquidas digeridas de para determinación de Cinc

## 3. Método de análisis

**3.1.** Espectrofotometría de absorción atómica en la modalidad de llama. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3111B-Zn

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la obtención de la concentración de Cinc total en digeridos. con destino a ser analizadas por presencia de metales en el área de absorción atómica.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** Zn: Cinc.

**5.2.** $HNO_3$: ácido nítrico suprapuro.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-001 Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de muestras acuosas

**6.2.** POE-AMSA-02-008 Lavado de Cristalería

**6.3.** POE-AMSA-03-001 Purificación de Agua Suprapura.

**6.4.** POE-AMSA-04-001 Digestión Asistida por Microondas para Análisis por Absorción Atómica.

**6.5.** FMT-AMSA-04-002 Registro de análisis por Absorción atómica en llama

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos:

**7.1.1.** Ácido nítrico suprapuro al 60%.

**7.1.2.** Acetileno grado industrial.

**7.1.3.** Compresor con depósito de aire comprimido.

**7.2.** Patrones de referencia:

**7.2.1.** Estándar de Zn trazable de 1000.00 mg/L.

**7.2.2.** Diluciones stock de Zn de 0.2000, 0.4000 y 0.4000 mg/L.

**7.3.** Materiales

**7.3.1.** Balones aforados de 25.0 mL y 50.0 mL.

**7.3.2.** Beakers de vidrio de 100.0 mL y 250.0 mL.

**7.3.3.** Pisetas con agua suprapura.

**7.4.** Equipos

**7.4.1.** Computadora con el software SpectrAA 5.1 PRO en línea con el espectrofotómetro.

**7.4.2.** Espectrofotómetro de absorción atómica, con módulo de horno de grafito y automuestreador.

**7.4.3.** Pipeta graduable de 1000-100 µL con tips desechables.

**7.5.** Equipo de protección personal

**7.5.1.** Bata

**7.5.2.** Guantes.

**7.5.3.** Lentes de protección.

**7.5.4.** Máscara antigás con filtro para vapores ácidos y carbón activado.

## 8. Procedimiento

**8.1.** Verificación preliminar

**8.1.1.** La preparación de disoluciones que involucren el uso de ácido nítrico concentrado debe realizarse en la campana de extracción, con uso completo del equipo de seguridad personal.

**8.1.2.** Los análisis que involucren el uso del espectrofotómetro de absorción atómica deben realizarse en observancia continua de las medidas de salud y seguridad ocupacional, especialmente en el manejo del cilindro de gas argón y con el uso del extractor de gases durante el procedimiento.

**8.1.3.** Los residuos líquidos deben recolectarse en un bidón preparado e identificado para tal fin para posterior tratamiento especial.

**8.1.4.** Al desarrollarse en el ambiente de laboratorio, debe contarse con el registro diario de condiciones de operación del equipo.

**8.2.** Procedimiento de preparación del hardware espectrofotométrico:

**8.2.1.** Encender la computadora e ingresar al usuario "absorcion", clave: 12345678.

**8.2.2.** Encender el módulo central.

**8.2.3.** Abrir las llaves de gas acetileno y de aire comprimido del compresor, registrar en el formato la presión inicial en psi del acetileno.

**8.2.4.** De no estar colocada, colocar la lámpara de Zn en la posición 1.

**8.2.5.** Instalar el módulo de atomización, el quemador y el tubo de drenaje de desechos.

**8.3.** Procedimiento de preparación del software espectrofotométrico:

**8.3.1.** Abrir el software SpectrAA y elegir las opciones: "Hoja de Trabajo"⇒"Nueva desde…"

**8.3.2.** Elegir una plantilla preprogramada con el método de análisis de Cinc.

**8.3.3.** Revisar si la lámpara se ha encendido al cargar la plantilla del método para Cinc. En caso negativo, encenderla en: "Utilidades del Horno"⇒"Encender lámparas".

**8.3.4.** Renombrar con la fecha del día y añadir al nombre la terminación 01 o el ordinal correspondiente.

**8.3.5.** En la pestaña "Etiquetas", numerar y nombrar las muestras según el orden que tendrán durante el análisis. Declarar factores de dilución cuando aplique.

**8.4.** Procedimiento de optimización de la señal de la lámpara:

**8.4.1.** Calentar la lámpara durante no menos de 10 minutos, o hasta que la señal se estabilice y no se aprecie disminución de la misma durante 5 minutos.

**8.4.2.** Alinear la posición del quemador utilizando una tarjeta de alineación y los tornillos de ajuste manual de altura y profundidad del bloque.

**8.4.3.** Colocar el escudo de protección de llama y la chimenea de evacuación de gases en el chasis del módulo central.

**8.4.4.** Sumergir el tubo de succión en agua suprapura contenida en un beaker de 250.0 mL.

**8.4.5.** Presionar el botón de ignición y realizar una optimización de la señal.

**8.4.6.** Registrar el porcentaje de ganancia inicial de la lámpara en el formulario FMT-AMSA-04-002. Registro de análisis por Absorción atómica en llama

**8.5.** Procedimiento analítico:

**8.5.1.** Presionar el botón "Empezar".

**8.5.2.** Verificar la lista de requisitos que aparece en pantalla y presionar "Ok".

**8.5.3.** Alimentar el tubo de succión con las diluciones correspondientes a 0.2000, 0.4000 y 0.4000 mg/L de Zn, correspondientes a los estándares 1, 2 y 3.

**8.5.4.** Comprobar que la calibración arroje una curva de calibración válida y los resultados sean obtenidos sean numéricos. Si se recibe el resultado "UNCAL", se debe repetir la calibración.

**8.5.5.** Continuar la alimentación del tubo de succión con las muestras correspondientes que el programa vaya solicitando. Colocar blancos metodológicos al principio y al final de la corrida y controles de 1.000 mg/L cada 10 muestras.

**8.5.6.** Registrar en el formato del diagrama de control los resultados de los viales de control, asegurándose que cumplan con los límites establecidos.

**8.5.7.** Registrar los resultados de los blancos en el formato de cálculo de límite de detección.

## 9. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo: No Aplica

## 10. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**10.1.** Los resultados obtenidos deben reportarse en concentración (mg/L) en el formato FMT-AMSA-02-004. Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA que corresponda a la muestra analizada.

## 11. Referencias y/o Bibliografía:

**11.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**11.2.** Atomic Absorption Spectrophotometer (AA-240FS) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.3.** Programmable Sample Dispenser (PSD-120) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.4.** Graphite Tube Atomizer – GTA-110/GTA-120 Operation Manual. Varian Inc. Australia 2004.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-04-008 | Determinación de Cinc Total en Digeridos | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS

**División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos**
**Autoridad para el Manejo Sustentable de la cuenca y del lago de Amatitlán**

AMSA

# Determinación de Plomo Total en Digeridos

No. del Documento: **POE-AMSA-04-009** Versión: **01** No. de páginas: **Página 1 de 6**

### CONTROL DE DOCUMENTOS

| Acción | Cargo | Nombre completo | Firma | Fecha |
|---|---|---|---|---|
| **Elaborado por:** | Profesional en Metales | Julio Roberto Juárez Pernillo | | 29.08.18 |
| **Revisado por:** | Encargada de Laboratorio de Aguas y Sólidos | Elena María Reyes Solares | | 29/08/2018 |
| **Aprobado por:** | Jefe de División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos. | Manuel Francisco Cano Alfaro | | 29/Ago/2018 |

PRESIDENCIA DE LA REPÚBLICA · AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN · LABORATORIO DE AGUAS Y SÓLIDOS · AMSA · GUATEMALA, C.A.

AUTORIDAD PARA EL MANEJO SUSTENTABLE DE LA CUENCA Y DEL LAGO DE AMATITLÁN · AMSA · CONTROL AMBIENTAL

Este documento forma parte del Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lagos de AMSA; toda copia de este documento es considerada una "COPIA NO CONTROLADA"

## 1. Objetivo

El presente procedimiento tiene por objeto establecer los lineamientos operativos para el desarrollo del análisis de plomo en muestras digeridas, a desarrollarse en el Laboratorio de Aguas y Sólidos de la División de Control, Calidad Ambiental y Manejo de Lago, de AMSA.

## 2. Alcance

Muestras líquidas digeridas de para determinación de plomo

## 3. Método de análisis

**3.1.** Espectrofotometría de absorción atómica en la modalidad de horno de grafito. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3113B-Cr

## 4. Responsabilidad y autoridad

**4.1.** Encargado de Laboratorio de Aguas y Sólidos: Velar por el cumplimiento de los procedimientos establecidos en el presente procedimiento.

**4.2.** Personal en metales: Aplicar este procedimiento para la obtención de la concentración de plomo total en digeridos. con destino a ser analizadas por presencia de metales en el área de absorción atómica.

## 5. Definiciones y Abreviaturas

**5.1.** Pb: Plomo.

**5.2.** $HNO_3$: ácido nítrico suprapuro.

**5.3.** $NH_4H_2PO_4$: Fosfáto monobásico de amonio.

## 6. Documentos Relacionados

**6.1.** POE-AMSA-02-001 Recolección, transporte, preservación y almacenamiento de muestras acuosas

**6.2.** POE-AMSA-02-008 Lavado de Cristalería

**6.3.** POE-AMSA-03-001 Purificación de Agua Suprapura.

**6.4.** POE-AMSA-04-001 Digestión Asistida por Microondas para Análisis por Absorción Atómica.

**6.5.** FMT-AMSA-04-003 Registro de análisis por Absorción atómica en horno de grafito y vapor frío

## 7. Material y Equipo

**7.1.** Reactivos:

**7.1.1.** Ácido nítrico suprapuro al 60%.

**7.1.2.** Argón ultrapuro.

**7.1.3.** Dilución de ácido nítrico al 0.2%.

**7.1.4.** Dilución de $NH_4H_2PO_4$ de 5000.00 mg/L.

**7.2.** Patrones de referencia:

**7.2.1.** Estándar de Pb trazable de 1000.00 mg/L.

**7.2.2.** Dilución stock de Pb de 0.0450 mg/L.

**7.3.** Materiales

**7.3.1.** Balones aforados de 25.0 mL.

**7.3.2.** Pisetas con agua suprapura.

**7.3.3.** Viales de polipropileno desechables de 2.0 mL.

**7.3.4.** Viales vidrio de 10.0 mL.

**7.4.** Equipos

**7.4.1.** Computadora con el software SpectrAA 5.1 PRO en línea con el espectrofotómetro.

**7.4.2.** Espectrofotómetro de absorción atómica, con módulo de horno de grafito y automuestreador.

**7.4.3.** Pipeta graduable de 1000-100 µL con tips desechables.

**7.5.** Equipo de protección personal

**7.5.1.** Bata

**7.5.2.** Guantes.

**7.5.3.** Lentes de protección.

**7.5.4.** Máscara antigás con filtro para vapores ácidos y carbón activado.

## 8. Procedimiento

**8.1.** Verificación preliminar

**8.1.1.** La preparación de disoluciones que involucren el uso de ácido nítrico concentrado debe realizarse en la campana de extracción, con uso completo del equipo de seguridad personal.

**8.1.2.** Los análisis que involucren el uso del espectrofotómetro de absorción atómica deben realizarse en observancia continua de las medidas de salud y seguridad ocupacional, especialmente en el manejo del cilindro de gas argón y con el uso del extractor de gases durante el procedimiento.

**8.1.3.** Los residuos líquidos deben recolectarse en un bidón preparado e identificado para tal fin para posterior tratamiento especial.

**8.1.4.** Al desarrollarse en el ambiente de laboratorio, debe contarse con el registro diario de condiciones de operación del equipo.

**8.2.** Procedimiento de preparación del hardware espectrofotométrico:

**8.2.1.** Encender la computadora e ingresar al usuario "absorcion", clave: 12345678.

**8.2.2.** Encender el módulo central y el módulo del horno de grafito del espectrofotómetro.

**8.2.3.** Abrir las llaves de gas argón, registrar en la hoja de condiciones del equipo la presión inicial en psi.

**8.2.4.** De no estar colocada, colocar la lámpara de Pb en la posición 1.

**8.2.5.** Alimentar el carrusel del automuestreador con los viales identificados, cada uno con aproximadamente 1.0 mL de la muestra digerida correspondiente. Colocar blancos metodológicos al principio y al final de la corrida y controles cada 10 muestras.

**8.3.** Procedimiento de preparación del software espectrofotométrico:

**8.3.1.** Abrir el software SpectrAA y elegir las opciones: "Hoja de Trabajo"⇒"Nueva desde…"

**8.3.2.** Elegir una plantilla preprogramada con el método de análisis de plomo.

**8.3.3.** Revisar si la lámpara se ha encendido al cargar la plantilla del método para plomo. En caso negativo, encenderla en: "Utilidades del Horno"⇒"Encender lámparas".

**8.3.4.** Renombrar con la fecha del día y añadir al nombre la terminación 01 o el ordinal correspondiente.

**8.3.5.** En la pestaña "Etiquetas", numerar y nombrar las muestras según el orden que tienen en el carrusel del automuestreador.

**8.4.** Procedimiento de optimización de la señal de la lámpara:

**8.4.1.** Calentar la lámpara durante no menos de 10 minutos, o hasta que la señal se estabilice y no se aprecie disminución de la misma durante 5 minutos.

**8.4.2.** Realizar una evaluación de optimización de señal sin el cabezal del horno de grafito instalado, graduando los tornillos de la parte posterior de la conexión de la lámpara a modo de obtener la máxima señal en el indicador del software.

**8.4.3.** Repetir la optimización de la señal luego de instalar el cabezal del horno de grafito, graduando la altura y profundidad del bloque con los tornillos de ajuste manual.

**8.4.4.** Registrar el porcentaje de ganancia inicial de la lámpara en la hoja de condiciones del equipo FMT-AMSA-04-003. Registro de análisis por Absorción atómica en horno de grafito y vapor frío

**8.4.5.** Ajustar la posición del capilar del automuestreador.

**8.5.** Procedimiento de ajuste del capilar del automuestreador:

**8.5.1.** Colocar el automuestreador en la posición de sujeción del chasis del módulo principal, conectando el cable de datos y el tubo de argón al módulo del horno de grafito.

**8.5.2.** Llenar el depósito inferior con dilución de ácido nítrico al 0.2%.

**8.5.3.** Asegurándose que el tubo de desechos se encuentre conectado, ya sea en el botón de "Optimizar", o en el de "Utilidades del Horno", ubicar el botón de "Lavar", y presionarlo varias veces, a modo de llenar el estanque de lavado del capilar.

**8.5.4.** Ubicar el botón "Video Horno", ya sea en la ventana del botón "Optimizar", o en la pestaña de botones de control.

**8.5.5.** Ajustar la posición de ingreso del capilar al tubo de grafito asistiéndose de "Utilidades del Horno"⇒"Alinear", la imagen de video, los tornillos de ajuste y una lámpara.

**8.5.6.** Cuando el capilar esté correctamente alineado, colocar la chimenea de evacuación de gases.

**8.6.** Procedimiento de acondicionamiento del tubo:

**8.6.1.** Colocar en la posición 52 un vial de 10 mL con agua suprapura y en la posición 53, un vial de 10 mL con una dilución de NH4H2PO4 de 5000 mg/L.

**8.6.2.** Encender el chiller y la campana de extracción.

**8.6.3.** Presionar "Utilidades del Horno"⇒"Acondicionar tubo", ajustando a 2 ciclos.

**8.6.4.** Verificar a través de la imagen de video que la muestra se evapore sin proyecciones.

**8.6.5.** Si existe señal analítica por suciedad en el tubo, repetir el procedimiento hasta obtener una línea base plana.

**8.7.** Procedimiento analítico:

**8.7.1.** Colocar en la posición 51 un vial con aproximadamente 1.0 mL de la dilución stock de Pb.

**8.7.2.** Presionar el botón "Empezar".

**8.7.3.** Verificar la lista de requisitos que aparece en pantalla y presionar "Ok".

**8.7.4.** Comprobar que la calibración arroje una curva de calibración válida y los resultados sean obtenidos sean numéricos. Si se recibe el resultado "UNCAL", se debe repetir la calibración.

**8.7.5.** Registrar en el formato del diagrama de control los resultados de los viales de control, asegurándose que cumplan con los límites establecidos.

**8.7.6.** Registrar los resultados de los viales de blancos metodológicos en el formato de cálculo de límite de detección.

**9. Criterios o Requisitos para la aprobación o rechazo:** No Aplica

## 10. Reporte de resultados, dimensionales, formato donde se reporta

**10.1.** Los resultados obtenidos deben reportarse en concentración (mg/L) en el formato FMT-AMSA-02-004. Orden de Análisis de Laboratorio: ABSORCIÓN ATÓMICA que corresponda a la muestra analizada.

## 11. Referencias y/o Bibliografía:

**11.1.** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWS), & Water Environment Federation (WEF). (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23 va. ed.). Washington, D.C.: American Public Health Association.

**11.2.** Atomic Absorption Spectrophotometer (AA-240FS) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.3.** Programmable Sample Dispenser (PSD-120) Operation Manual. Varian Inc. Australia, 2004.

**11.4.** Graphite Tube Atomizer – GTA-110/GTA-120 Operation Manual. Varian Inc. Australia 2004.

## 12. Disposición del Documento

| No. | Código | Nombre | Disposición del documento | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Almacenamiento vigente | | | Archivo muerto | | |
| | | | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable | Ubicación | Tiempo de retención | Responsable de destrucción |
| 1 | POE-AMSA-04-004 | Determinación de Plomo Total en Digeridos | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Procedimientos | 3 años | Personal técnico de monitoreo | C:\Control Ambiental (carpeta compartida)\SGC\ Archivos muertos | 2 años | Asistente Técnico |

## 13. Control de Cambios

**13.1.** Adjunto en el FMT-AMSA-01-010 Control de cambios