



Facultad de Ciencias Naturales y Matemática

EVALUACION DE LA CALIDAD DE AGUA DE MAR IMPACTADA POR UNA EMPRESA
EXTRACTORA DE HIDROCARBUROS

Experiencia Profesional para optar el Título Profesional de Licenciado en Química

AUTOR

Castro Aguirre, Joel Eugenio

ASESORA

Castañeda Pérez, Luz

JURADO

Rodríguez Mejía, Jorge

Pumachagua Huertas, Rodolfo

Fernández Arroyo, Carmen

Lezama Vigo, Helmer

Lima - Perú

2018

DEDICATORIA

A mis padres y hermanas

INDICE

| Nº | DESCRIPCION | PÁG. |
|-----|---|------|
| | Resumen | 6 |
| | Abstract | 7 |
| I. | Introducción | 8 |
| II. | Marco Teórico | 9 |
| | La Empresa | 9 |
| | 1. Certificaciones del Perú S.A. | 9 |
| | 1.1. Acreditaciones | 10 |
| | 1.2. Unidades de Negocio | 10 |
| | 1.2.1. División Pesca | 10 |
| | 1.2.2. División Ambiental | 11 |
| | 1.2.3. División Agro Industrial | 11 |
| | 1.2.4. División Agrícola | 11 |
| | 1.2.5. División Aviar | 12 |
| | 1.3. Laboratorios | 12 |
| | 1.3.1. Laboratorio de Ambiental | 13 |
| | 1.3.2. Laboratorio de Fisicoquímica | 13 |
| | 1.3.3. Laboratorio de Físico Sensorial | 13 |
| | 1.3.4. Laboratorio de Microbiología | 14 |
| | 1.3.5. Laboratorio de Patología y Diagnostico | 14 |
| | 1.3.6. Laboratorio de Toxinas e Hidrobiología | 14 |

| | | |
|------|---|----|
| 1.4. | Organigrama de Certificaciones del Perú | 15 |
| 1.5. | Organigrama Estructural de Laboratorio | 16 |
| 1.6. | Organigrama de Laboratorio por Cargos | 17 |
| 1.7. | Funciones del Analista 2 | 18 |
| 2. | Evaluación de la Calidad de Agua de Mar Impactada por una Empresa | |
| | Extractora de Hidrocarburos | 19 |
| 2.1. | Ecosistemas Acuáticos | 19 |
| | 2.1.1 Ecosistemas Marinos | 19 |
| | 2.1.2 Funciones | 20 |
| 2.2 | Impacto Ambiental de las Industrias Petroleras en los ecosistemas | |
| | Acuáticos | 21 |
| 2.3 | Legislación Sobre la Calidad del Agua | 23 |
| III. | Objetivos | 26 |
| | 3.1 Objetivo General | 26 |
| | 3.2 Objetivo Específicos | 26 |
| IV. | Justificación y Problemática | 26 |
| V. | Metodología | 27 |
| | 5.1 Monitoreo de la Calidad del Agua | 27 |
| | 5.1.1 Estaciones de Monitoreo | 27 |
| | 5.2 Toma de Muestras | 28 |
| | 5.2.1 Procedimiento de Muestreo | 28 |
| | 5.2.2 Preservación y Transporte | 29 |
| | 5.2.3 Aseguramiento de Calidad | 29 |

| | | |
|-------|--|----|
| 5.3 | Análisis de Muestras en el Laboratorio | 30 |
| 5.4 | Metodología de Análisis de Agua | 31 |
| 5.4.1 | Determinación de Fósforo y Fosfatos | 31 |
| 5.4.2 | Determinación de Sulfuros | 33 |
| 5.4.3 | Determinación de Nitratos | 35 |
| 5.4.4 | Determinación de Fenoles | 38 |
| 5.4.5 | Determinación de Demanda Química de Oxígeno | 41 |
| 5.4.6 | Determinación de Cromo VI | 45 |
| 5.4.7 | Determinación de Nitrógeno (Amoniac) | 47 |
| 5.4.8 | Determinación de Demanda Bioquímica de Oxígeno | 50 |
| 5.4.9 | Determinación de Aceites y Grasas | 53 |
| VI. | Resultados | 57 |
| VII. | Discusión de Resultados | 71 |
| VIII. | Conclusiones | 75 |
| IX. | Recomendaciones | 76 |
| X. | Glosario | 77 |
| XI. | Referencias Bibliográficas | 81 |
| XII. | Anexos | 82 |
| 1. | Organigrama ISO 17025 | 82 |
| 2. | Mapa de Procesos | 83 |
| 3. | Reporte de Ensayo de los Parámetros Realizados | 84 |
| 4. | Criterios Relacionados a la toma de Muestra | 94 |

RESUMEN

El presente trabajo tuvo como objeto de estudio el agua de mar ubicada en la zona costera en el norte del Perú el cual es impactada por una empresa extractora de hidrocarburos, para lo cual se caracterizó y evaluó los resultados obtenidos de los parámetros de nitratos, fosfatos, fósforo total, fenoles, sulfuros, aceites y grasas, cromo hexavalente, DQO y DBO, teniendo en consideración su comportamiento durante todo un año, mediante muestreos mensuales tanto en la zona impactada como en los efluentes vertidos sobre la misma.

Durante el estudio se determinó que los valores obtenidos en la zona marino costera se encuentran dentro del rango establecido por los estándares de calidad ambiental. En el caso de los vertimientos, los parámetros de fenoles, sulfuros y aceites y grasas excedieron los límites máximos permisibles durante determinados meses del año.

Palabras Claves: concentración, calidad de agua, hidrocarburos

ABSTRACT

The present report had as object of study the seawater located in the coastal area in the north of Peru which is impacted by a hydrocarbon extraction company, for which were characterized and evaluated the results obtained from the parameters of nitrates, phosphates, total phosphorus, phenols, sulfides, oils and fats, hexavalent chromium, COD and BOD, taking into account their behavior during a whole year, through monthly sampling both in the impacted area and in the effluents discharged on it.

During the study it was determined that the values obtained in the coastal marine zone are within the range established by the environmental quality standards. In the case of discharges, the parameters of phenols, sulfides and oils and fats exceeded the maximum permissible limits during certain months of the year.

Keywords: concentration, water quality, hydrocarbons

I. INTRODUCCIÓN

El presente trabajo está basado en mi experiencia profesional adquirida durante más de 4 años en una empresa privada de servicio de ensayo donde estuve a cargo de diferentes funciones asumiendo diferentes responsabilidades.

En este tiempo en el que vengo ejerciendo la profesión he podido volcar y ampliar los conocimientos adquiridos principalmente en química analítica e instrumental en el desempeño diario como analista en los diferentes ensayos de laboratorio del cual estuve a cargo.

Dentro de las principales funciones y actividades realizadas durante mi experiencia profesional puedo mencionar análisis medioambientales, implementación de métodos por vía clásica y vía instrumental, auditorías internas y externas, etc. El presente informe está enfocado en los análisis medioambientales en los que me he desempeñado para lo cual daré a conocer un estudio ambiental en agua de mar impactada por una empresa extractora de hidrocarburos durante un año, desarrollando los ensayos que permiten su evaluación.

II. MARCO TEÓRICO

LA EMPRESA

1. CERTIFICACIONES DEL PERÚ S.A.

Es una empresa privada con una trayectoria de 50 años de experiencia, dedicada a ofrecer servicios de inspección, muestreo, ensayos, certificación de productos y de sistemas de gestión.

Servicios que brinda como organismo de tercera parte con el respaldo técnico de su Organismo de Inspección (OI), Laboratorio de Ensayos (LE), Organismo de Certificación de Productos (OCP) y Organismo de Certificación de Sistemas (OCS).

Desde su origen CERPER estuvo ligada al sector hidrobiológico, específicamente harina de pescado, producto con el cual fue pionero en el campo de la certificación y ensayo.

Posteriormente amplió su campo de acción a otros sectores económicos en los que participa y cuenta con las siguientes divisiones, que representan sus unidades de negocios más importantes:

- División Ambiental
- División Agrícola
- División Agro Industrial
- División Aviar y Diagnostico
- División Pesca

Para el desarrollo de sus operaciones CERPER cuenta con su sede central ubicada en el Callao, así como sedes en provincias y Unidades Operativas, ubicadas en Tumbes, Paita, Chimbote, Huacho, Lima, Pisco e Ilo.

1.1 Acreditaciones

Los Organismos de Evaluación de la Conformidad acreditados por CERPER ante INACAL son:

Organismos de Inspección: NTP-ISO/IEC 17020

Laboratorios de Ensayo: NTP-ISO/IEC 17025

Organismos de Certificación de Sistemas: NTP-ISO/IEC 17021

El alcance de cada sistema acreditado, se describe en los documentos emitidos por el INSTITUTO NACIONAL DE CALIDAD – INACAL, como resultado de los procesos de actualización, ampliación o renovación, a través de los cuales, comunica la conformidad con los requisitos y la actualización del alcance acreditado, para cada Organismo de Evaluación de la Conformidad, según se trate.

1.2 Unidades de Negocio

1.2.1 División Pesca

CERPER inicia sus operaciones apoyando los temas de calidad y certificación de productos hidrobiológicos especialmente harina y aceite de pescado, motivo por el cual es considerada una de las empresas pioneras y de mayor experiencia en el sector.

La División Pesca brinda un conjunto de servicios de alta calidad, dirigido a productores, exportadores, importadores, compradores, traders, brokers y demás agentes involucrados en la actividad pesquera.

Supervisa y certifica las exportaciones de lotes de harina de pescado y productos pesqueros y acuícolas: procesados, ahumados, crudos, precocidos, cocidos congelados o refrigerados, en

conservas y semiconservas y curados y algas, a cualquier destino, liderando la certificación de las exportaciones de CHD. Además, cuenta con el apoyo de empresas surveyors a nivel mundial.

1.2.2 División Ambiental

Por medio de esta división se brinda soporte a la industria peruana para cumplir con la normativa ambiental vigente en los sectores: manufacturero, pesquero, electricidad, hidrocarburos, minero, metalúrgico, entre otros.

Conocemos la legislación peruana sobre medio ambiente y por lo tanto podemos ayudar a cumplirla. A su vez, contamos con personal profesional y técnico altamente calificado con amplia experiencia.

Nuestros laboratorios se encuentran acreditados ante INACAL conforme a los requisitos de la Norma ISO/IEC 17025, implementado con equipos de última generación para efectuar análisis físicos, físicos químicos, biológicos y microbiológicos en agua, aire y suelo.

1.2.3 División Agro Industrial

Brinda a las empresas agroindustriales servicios de control de sus procesos de producción, calidad y seguridad de sus productos; contando para ello con personal capacitado y calificado además de instalaciones con instrumentación acordes con los más altos niveles de calidad en sus laboratorios acreditados ante el INACAL.

1.2.4 División Agrícola

Todos los sistemas de aseguramiento de la calidad tienen objetivos comunes: garantizar la calidad de los productos y servicios, haciendo posible que los datos sean trazables o reproducidos a través

de una documentación comprensible y permitiendo que los resultados de los controles sean comparables.

La División Agrícola brinda análisis de suelos, aguas, plantas, fertilizantes, análisis microbiológicos y servicios de Seguimiento Nutricional (Monitoreo).

Asimismo, dispone de instalaciones e instrumentación necesaria para cumplir con todos los requerimientos del sector agrícola basados en el GAP y GLOBAL GAP y nuestros resultados son respaldados con la calidad que exige la NTP/ISO 17025.

1.2.5 División Aviar

Ofrece a la industria avícola el servicio de diagnóstico integral de enfermedades de aves a través del Laboratorio de Patología y Diagnóstico que se encuentra acreditado ante el INACAL para efectuar pruebas biológicas.

Además, cuenta con un equipo multidisciplinario de profesionales: médicos veterinarios, biólogos, químicos farmacéuticos, ingenieros de industrias alimentarias, ingenieros ambientales e ingenieros pesqueros de reconocimiento y amplia experiencia.

1.3 Laboratorios

Los laboratorios de CERPER están acreditados por el INACAL conforme a los requisitos de la norma ISO/IEC 17025, para la realización de ensayos químicos, microbiológicos, sensoriales y biológicos.

CERPER, dispone de instalaciones apropiadas e instrumentación con tecnología de punta para la realización de sus actividades. Tiene implementado para todos los servicios un sistema de aseguramiento de la calidad que le permite satisfacer las necesidades de los clientes.

Además, cuenta con personal altamente capacitado, calificado y con amplia experiencia en la realización de ensayos de laboratorios, haciendo uso de métodos estandarizados en el ámbito nacional e internacional.

1.3.1 Laboratorio de Ambiental

Se realizan ensayos de aceites y grasas, DBO, OD, DQO, metales pesados, migración total y migración de elementos, nitratos, fosfatos, pH, conductividad, granulometría, ensayos de metales por ICP – masa e ICP Óptico, análisis de PAHs, COVs, Trihalometanos, Fenoles BETEX, Pesticidas Organoclorados y Fosforados por GC, entre otros, para muestras de aguas, suelos procedentes del monitoreo de cuerpo marino receptor, efluentes, aguas residuales, aguas de pozo, envases para alimentos, juguetes, muestras foliares, fertirriego, sondas, suelos y sedimentos

1.3.2 Laboratorio de Físicoquímica

Realiza ensayos en muestras de alimentos, harina de pescado, colorantes, aceites animales y vegetales, alimentos para animales, productos agroindustriales, conservas de productos de origen animal y vegetal, leche y productos lácteos, carnes y productos cárnicos, alimentos para programas sociales, determinando en estos: análisis proximal, antioxidantes, vitaminas, metales pesados, toxina amnésica (ASP) en moluscos bivalvos, aflatoxinas, sulfitos, residual de solvente y otros, haciendo uso de ensayos vía clásica, UV/VIS, AA, GC, HPLC.

1.3.3 Laboratorio de Físico Sensorial

Realiza ensayos en muestras de alimentos frescos o procesados como conservas de productos hidrobiológicos, verduras, frutas, cereales, determinación del cierre en envases de hojalata, determinación de insectos en harina de pescado y pota, determinación de parásitos en pescado, etc.

1.3.4 Laboratorio de Microbiología

Realiza ensayos en muestras de alimentos, aguas, desinfectantes, muestras de catering aéreo, control de superficies, control de comedores y manipuladores, con la finalidad de conocer la calidad e inocuidad de estos mediante ensayos de Salmonella, E. coli, Aerobios Mesófilos Vibrio, Staphylococcus aureus, Coliformes totales y fecales, Lysteria y otros; además de la determinación de vitaminas por métodos microbiológicos para ácido fólico, vitamina B6 y B12.

1.3.5 Laboratorio de Patología y Diagnostico

Realiza ensayos serológicos (pruebas de ELISA, titulación de anticuerpos por inhibición de la hemoaglutinación (HI), aglutinación en placa), ensayos de aislamiento viral en huevos embrionados SPF, necropsias y PCR en tiempo real y final para detectar enfermedades de aves y otros.

1.3.6 Laboratorio de Tóxicas e Hidrobiología

Realiza bioensayos con métodos reconocidos internacionalmente para la determinación de biotoxinas marinas como la paralizante de mariscos (PSP), lipofílicas en muestras de mariscos, determinación de moluscos bivalvos, determinación cualitativa y cuantitativa de fitoplancton potencialmente tóxico en agua de mar y agua dulce, ensayos de macrozoobentos en sedimentos, zooplancton e ictioplancton en aguas, determinación de micotoxinas por ELISA como T2, Ocratoxina A, Fumonicina, Zearalenona y otras.

1.4 Organigrama de Certificaciones del Perú

Figura N° 01: Organigrama de Certificaciones del Perú, se aprecia el área de Ambiental, sección donde me he estado desempeñando, el cual jerárquicamente depende de la Sección Físico-Química.

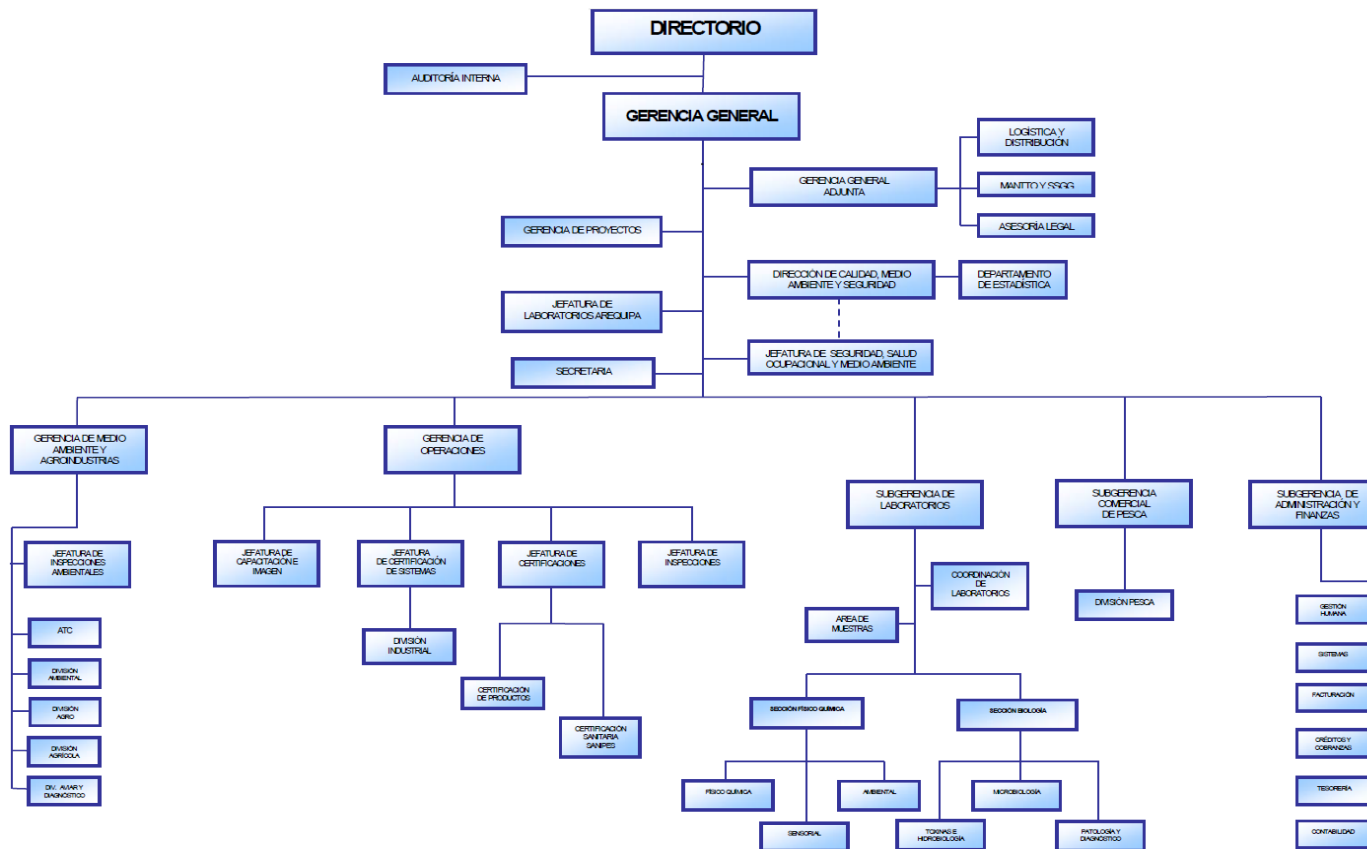


Figura N° 01: Organigrama de Certificaciones del Perú

1.5 Organigrama Estructural de Laboratorio

El área donde me he desempeñado es el área de Aguas, perteneciente al Laboratorio Ambiental. En la figura N°02, se observa el lugar que le corresponde al área de Aguas dentro de la estructura de laboratorio.

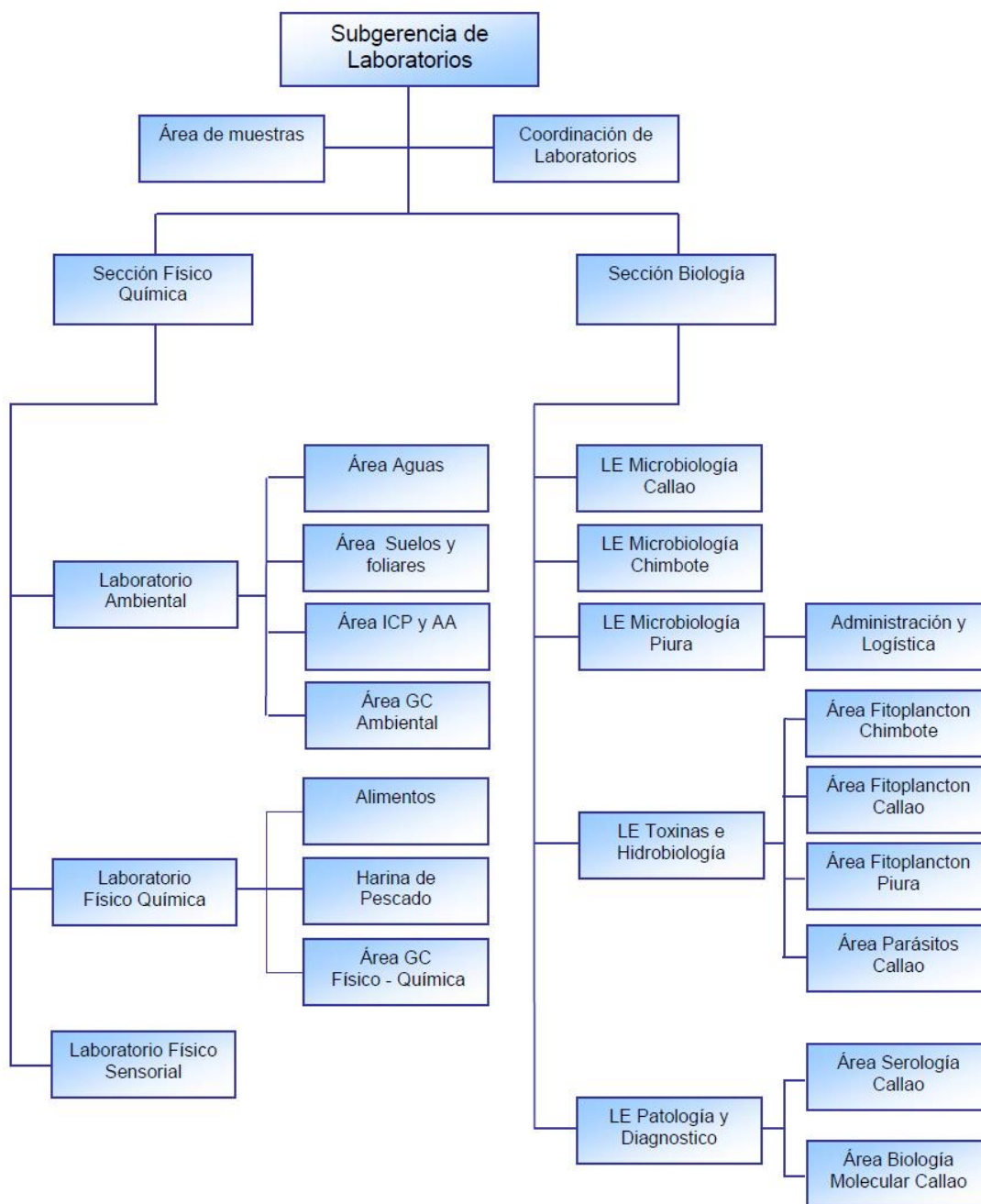


Figura N° 02: Organigrama Estructural de Laboratorio

1.6 Organigrama de Laboratorio por Cargos

En la gráfica N°03, se observa la ubicación del cargo que desempeñé dentro del organigrama de laboratorio por cargos, el cual fue de analista 2.

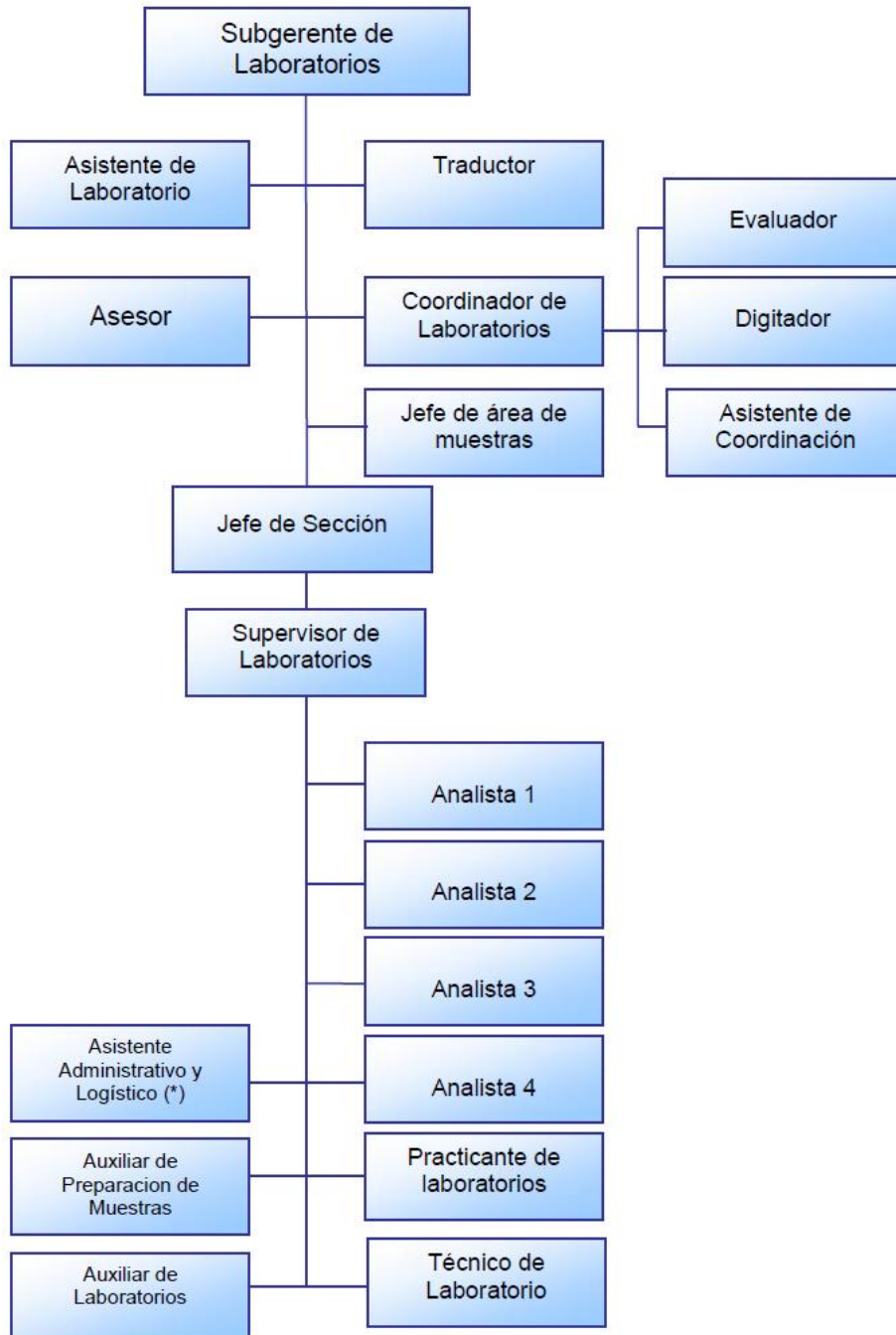


Figura N° 3: Organigrama de Laboratorio por Cargos

1.7 Funciones del Analista 2

- Efectuar los ensayos asignados por el Supervisor, con los métodos apropiados.
- Apoyar cuando sea necesario a los analistas 1 en la ejecución de los ensayos.
- Cumplir con los procedimientos establecidos para mantener el Sistema de Calidad
- Desarrollar nuevos métodos de ensayo en coordinación con el Jefe de Sección y/o el Supervisor del área.
- Conocer y entender los principios del método asignado
- Elaborar y revisar los documentos del sistema de gestión del laboratorio, según corresponda.
- Realizar el trabajo asignado adecuadamente con la finalidad de obtener resultados confiables y reproducibles.
- Reconocer fuentes potenciales de errores en las tareas asignadas.
- Cumplir con las tareas asignadas para el cumplimiento del programa de actividades del Laboratorio.
- Participar en los ensayos intralaboratorios para asegurar la competencia técnica de los analistas.
- Usar correctamente equipos, materiales y reactivos en la realización de los ensayos encomendados.
- Cumplir con las buenas prácticas de laboratorio.
- Cumplir con el código de Ética y Reglamento interno de Trabajo, Reglamento Interno de Seguridad y Salud Ocupacional y con las Políticas del Sistema Integrado de Gestión, aplicables a su actividad.
- Otras funciones asignadas por el Jefe de Sección y/o Supervisor.

2. EVALUACION DE LA CALIDAD DE AGUA DE MAR IMPACTADA POR UNA EMPRESA EXTRACTORA DE HIDROCARBUROS

2.1. Ecosistemas Acuáticos

Los ecosistemas acuáticos son todos aquellos ecosistemas que tienen por biotopo algún cuerpo de agua, como pueden ser: mares, océanos, ríos, lagos, pantanos, arroyos y lagunas, entre otros. Los dos tipos más destacados son: los ecosistemas marinos y los ecosistemas de agua dulce (Alexander, D., Fairbridge, R., 1999).

2.1.1 Ecosistemas Marinos

Los ecosistemas marinos cubren aproximadamente el 71% de la superficie de la Tierra y contienen aproximadamente el 97% del agua del planeta. Ellos generan el 32% de la producción primaria neta del mundo. (D. Alexander, 1999). Se distinguen de los ecosistemas de agua dulce por la presencia de compuestos disueltos, especialmente sales, en el agua. Aproximadamente el 85% de los materiales disueltos en agua de mar son sodio y cloro. El agua de mar tiene una salinidad promedio de 35 millones (ppm) de agua. La salinidad real varía entre los diferentes ecosistemas marinos (US EPA, 2006).

Los ecosistemas marinos se pueden dividir en muchas zonas según la profundidad del agua y las características de la costa. La zona oceánica es la vasta parte abierta del océano donde viven animales como las ballenas, los tiburones y el atún. La zona béntica consiste en sustratos debajo del agua donde viven muchos invertebrados. La zona intermareal es el área entre mareas alta y baja; En esta figura se denomina zona litoral. Otras zonas cercanas a la costa (neríticas) pueden incluir estuarios, marismas, arrecifes de

coral , lagunas y manglares . En las aguas profundas, pueden darse respiraderos hidrotermales donde las bacterias quimiosintéticas de azufre forman la base de la red alimentaria.

Las clases de organismos que se encuentran en los ecosistemas marinos incluyen algas pardas, dinoflagelados, corales, cefalópodos, equinodermos y tiburones. Los peces capturados en los ecosistemas marinos son la mayor fuente de alimentos comerciales obtenidos de poblaciones silvestres (Alexander, D., Fairbridge, R., 1999).

Los problemas ambientales relacionados con los ecosistemas marinos incluyen la explotación insostenible de los recursos marinos (por ejemplo, la sobrepesca de ciertas especies), la contaminación marina , el cambio climático y la construcción en áreas costeras. (Alexander, D., Fairbridge, R., 1999).

2.1.2 Funciones

Los ecosistemas acuáticos realizan muchas funciones ambientales importantes. Por ejemplo, reciclan los nutrientes, purifican el agua, atenúan las inundaciones, recargan el agua subterránea y proporcionan hábitats para la vida silvestre (Loeb, 1994). Los ecosistemas acuáticos también se utilizan para la recreación humana, y son muy importantes para la industria del turismo, especialmente en las regiones costeras (Daily, 1997).

La salud de un ecosistema acuático se degrada cuando se ha superado la capacidad del ecosistema de absorber una presión. Una presión en un ecosistema acuático puede ser el resultado de alteraciones físicas, químicas o biológicas del medio ambiente. Las alteraciones físicas incluyen cambios en la temperatura del agua, el flujo de agua y la disponibilidad de luz. Las alteraciones químicas incluyen cambios en las tasas de carga de nutrientes

bioestimulantes, materiales que consumen oxígeno y toxinas. Las alteraciones biológicas incluyen la sobreexplotación de especies comerciales y la introducción de especies exóticas. Las poblaciones humanas pueden imponer tensiones excesivas en los ecosistemas acuáticos (Loeb, 1994).

2.2. Impacto Ambiental de las Industrias Petroleras en los ecosistemas acuáticos

Algunas operaciones de la industria petrolera han sido responsables por la contaminación del agua debido a los desechos o productos derivados del refinado y por derrames de petróleo.

La combustión de combustibles fósiles produce gases de efecto invernadero y otros contaminantes del aire. Los contaminantes incluyen óxidos de nitrógeno, dióxido de azufre, compuestos orgánicos volátiles y metales pesados.

Debido a que el petróleo es un recurso natural no renovable, la industria se enfrenta a un inevitable agotamiento de las reservas de petróleo en el mundo. La Revista Estadística de Energía Mundial de 2007 editada por la compañía BP (The BP Statistical Review of World Energy 2007) calculó la proporción entre reservas de petróleo y producción teniendo en cuenta las reservas probadas mundiales. Según dicho estudio, la vida útil esperada de las reservas ubicadas en Oriente Medio sería de 79,5 años, la de Latinoamérica de 41,2 años y la de Norteamérica de tan sólo 12 años. El significado del cálculo de la proporción entre las reservas de petróleo probadas y la producción global es que, manteniendo los niveles actuales de producción, y siempre que no se descubran nuevas reservas de petróleo, las reservas existentes se agotarán en 40,5 años (BP Global, 2008).

En este orden de ideas, la Teoría del pico de Hubbert es una influyente teoría acerca de la tasa de agotamiento a largo plazo del petróleo, así como de otros combustibles fósiles.

Según un estudio realizado por IBISWorld, los biocombustibles (primariamente etanol, aunque también biodiésel) seguirán sustituyendo al petróleo, aunque los niveles de producción son bajos, y no desplazarán la producción local de petróleo. El etanol se considera como un producto que ofrece un bajo impacto medioambiental, y que podría jugar un cierto papel en la reducción de la dependencia del petróleo importado. En ese sentido, la mayoría del etanol consumido en los Estados Unidos (más del 90%) se combina con gasolina para producir un combustible compuesto en un 10% de etanol, combustible en el que se utiliza el etanol para incrementar la cantidad de oxígeno total de la mezcla (IBISWorld, 2008).

2.3 Legislación Sobre la Calidad del Agua

Está compuesta por un conjunto de principios y normas que tienen como objetivo asegurar el efectivo ejercicio del derecho a un ambiente saludable, equilibrado y adecuado para el pleno desarrollo de la vida, así como otorgar seguridad jurídica y protección legal a las estrategias de conservación y de desarrollo sostenible.

En la legislación peruana existen diversos instrumentos de gestión ambiental entre los cuales se encuentran los denominados estándares de calidad ambiental (ECA) y límites máximos permisibles (LMP). Los primeros son de aplicación general, es decir, para la sociedad en su conjunto; en tanto los segundos han sido desarrollados para regular actividades particulares.

Tabla N° 1: Estándares de Calidad Ambiental para Conservación del Ambiente Acuático

| Parámetros | Unidades | Ecosistemas Marino Costeros | |
|--------------------------------------|----------|-----------------------------|-------------|
| | | Estuarios | Marinos |
| Aceites y grasas | mg/L | 5.0 | 5.0 |
| Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO%) | mg/L | 15.0 | 10.0 |
| Nitrógeno Amoniacal | mg/L | 0.05 | 0.08 |
| Cromo VI | mg/L | 0.05 | 0.05 |
| Fenoles | mg/L | 5.8 | 5.8 |
| Fosfatos | mg/L | 0.5 | 0.031-0.093 |
| Nitratos | mg/L | 200 | 200 |
| Fosforo Total | mg/L | 0.124 | 0.062 |
| Sulfuros | mg/L | 0.002 | 0.002 |

Fuente: (015-2015-MINAM, 2015)(**): El parámetro no aplica a esta subcategoría

Tabla N° 2: Estándares de Calidad Ambiental para Actividades Marino Costeras

| Parámetros | Unidades | Ecosistemas Marino Costeros | | | |
|--------------------------------------|----------|---|---|-------------------|---|
| | | Agua de Mar | | | Agua Continental |
| | | Extracción y Cultivo de Moluscos Bivalvos | Extracción y cultivo de otras especies hidrobilógicas | Otras Actividades | Extracción y cultivo de otras especies hidrobilógicas |
| Aceites y grasas | mg/L | 1.0 | 1.0 | 2.0 | 1.0 |
| Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO%) | mg/L | ** | 10.0 | 10.0 | 10.0 |
| Cromo VI | mg/L | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.1 |
| Fósforo Total | mg/L | 0.062 | 0.062 | ** | 0.062 |
| Nitratos | mg/L | 16.0 | 16.0 | ** | 13.0 |
| Sulfuros | mg/L | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |

Fuente: (015-2015-MINAM, 2015)

(**): El parámetro no aplica a esta subcategoría

Los impactos ambientales del Subsector Hidrocarburos están asociados con las descargas de efluentes industriales al cuerpo receptor, por lo que los Límites Máximos Permisibles (LMP) y los Estándares de Calidad Ambiental son mecanismos de gestión ambiental que permiten la convivencia entre diferentes actividades productivas, la salud humana y a su vez aseguran la calidad del cuerpo receptor.

Tabla N° 3: Límites Máximos permisibles (LMP) de Efluentes Líquidos para las Actividades del Subsector Hidrocarburos

| Parámetro | LMP (mg/L) (Concentraciones en cualquier momento) |
|-------------------------------|--|
| Cromo Hexavalente | 0.1 |
| Fenoles | 0.5 |
| Sulfuros | 1.0 |
| Demanda Bioquímica de Oxígeno | 50 |
| Demanda Química de Oxígeno | 250 |
| Nitrogeno Amoniacal | 40 |
| Fosforo Total | 2.0 |
| Aceites y grasas | 20 |

Fuente: (037-2008-PCM, 2008)

III. OBJETIVOS

3.1 Objetivo General

Evaluar la calidad del agua de mar impactada por una empresa extractora de hidrocarburos.

3.2 Objetivos Específicos

- Comparar los valores obtenidos de los parámetros fisicoquímicos con los Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para ecosistemas marinos.
- Comparar los valores obtenidos de los parámetros fisicoquímicos con los Límites Máximos Permisibles (LPM) para el sector hidrocarburo.
- Evaluar el comportamiento de los valores obtenidos durante los 12 meses del año.

IV. JUSTIFICACIÓN Y PROBLEMÁTICA

La contaminación de los cuerpos de agua de mar causadas por empresas extractoras de hidrocarburos representan un grave problema para el ecosistema marítimo y la población que depende del mismo considerando sirve como fuente de sustento alimenticio para las ciudades cercanas.

En el Perú, no son suficientes los estudios de calidad ambiental de agua de mar, y cuando se realiza, en muchos casos no son representativos en términos de espacio y tiempo. El desarrollo de la presente evaluación servirá como antecedente de consulta, al considerar que la desinformación se hace más evidente si se desea tener cifras actuales que permitan conocer que tanto impacta en el agua de mar una de las empresas más grandes de hidrocarburos en el Perú.

V. METODOLOGÍA

5.1 Monitoreo de la Calidad del Agua

5.1.1 Estaciones de Monitoreo

Tabla N° 4: Puntos de muestro correspondiente a agua residual

| Codigo / Inscripcion / Ruma / Estacion | Coordenadas UTM | | hemisferio |
|---|-----------------|-----------|------------|
| | Este | UTM Norte | |
| Vertimiento Separadores API SUR y CPI (D-1) | 468182 | 9493416 | sur |
| Vertimiento Limpio (D-2) | 468199 | 9493474 | sur |
| Vertimiento Quimico (D-3) | 468200 | 9493516 | sur |
| Vertimiento Planta Balastro (D-5) | 468937 | 9494221 | sur |

Tabla N° 5: Puntos de muestro correspondiente a agua residual

| Codigo / Inscripcion / Ruma / Estacion | Coordenadas UTM Este | Coordenadas UTM Norte | hemisferio |
|---|----------------------|-----------------------|------------|
| Vertimiento Separadores API SUR y CPI (D-1) 500 m. aguas arriba | 467888 | 9493548 | sur |
| Vertimiento Separadores API SUR y CPI (D-1) 500 m. aguas abajo | 468000 | 9494068 | sur |
| Vertimiento API NORTE (D-4) 500 m. aguas arriba | 468759 | 9494714 | sur |
| Vertimiento API NORTE (D-4) 500 m. aguas abajo | 469147 | 9495034 | sur |

5.2 Toma de Muestras

5.2.1 Procedimiento de Muestreo

- Se utilizó envases de primer uso, químicamente limpios, de vidrio o polietileno de buena calidad, no metálico, hermético, el envase estuvo provisto de un tapón y antes de llenarlo se enjuagó por lo menos 3 veces con el agua a analizarse, con excepción de aquellos que contienen reactivos y/o preservantes.
- Durante el manejo de los envases, se tuvo cuidado con el contenido de los reactivos y/o preservantes (NaOH, HNO₃, H₂SO₄) que son altamente tóxicos y corrosivos.
- Para la toma de muestra de efluentes, se extrajo la muestra con ayuda de un muestreador de canastilla. Se lavó el equipo de muestreo con la corriente de agua residual del cual se extrajo la muestra con la finalidad de minimizar el riesgo de contaminación.
- Se evitó partículas grandes, sedimentos y/o material flotante que se había acumulado en el punto de muestreo.
- Las muestras se mantuvieron en refrigeración hasta su ingreso a laboratorio, para lo cual se utilizó gel pack (previa verificación de congelamiento), además de hielo de calidad potable, en suficiente cantidad y tamaño que mantenga el ambiente de conservación en estado de refrigeración con el propósito de no perder la cadena de frío. Las muestras permanecieron entre 1° a 8°C.

5.2.2 Preservación y Transporte

- La conservación de las condiciones físicas, químicas y biológicas de las muestras es imprescindible, a fin de garantizar la certeza de los resultados analíticos, cuando no es posible efectuar los análisis de inmediato, las muestras se mantuvieron en refrigeración. Las muestras deben permanecer entre 1° a 8° C.
- Los frascos utilizados deberán mantenerse cerrados, las muestras son preservadas y/o conservadas en hielo de calidad potable y/o gel pack en cajas conservadoras.
- Se debe rotular e identificar las muestras.
- Se deberá proteger especialmente los envases de vidrio para su transporte.

5.2.3 Aseguramiento de Calidad

- Se debe tener en cuenta el criterio de aseguramiento de calidad de muestreo que se indica en el anexo N° 1 el cual está basado en las consideraciones de cada método.

5.3 Análisis de muestras en el laboratorio

La relación de parámetros considerados para el análisis de las muestras en laboratorio con los reactivos y equipos utilizados se muestran en la tabla N° 6.

Tabla N° 6: Relación Parámetro - Reactivo - Equipo

| Parámetro | Reactivo | Equipos |
|--------------------------|---|--|
| Aceites y grasas | Acetona Ácido esteárico Ácido sulfúrico Hexano n-hexadecano Sulfato de cobre | Baño maría Balanza analítica Estufa |
| Cromo Hexavalente | Acetona Ácido sulfúrico difenilcarbazida | Espectrofotómetro Balanza analítica |
| DBO5 | Ácido Glutámico Cloruro de Amonio Cloruro de Calcio Cloruro de Magnesio Cloruro de Hierro Glucosa Fosfato Monobasico de Potasio Fosfato Dibasico de Potasio Fosfato Dibasico de Sodio | Incubadora Oxímetro Balanza analítica |
| DQO | Ácido Sulfúrico Biftalato de Potasio Dicromato de Potasio Sulfato de Mercurio Sulfato de Plata | Digestor de Tubos Espectrofotómetro Balanza analítica |
| Fenoles | 4-aminoantipirina Acido Sulfurico Cloroformo Fenol Ferricianuro de Potasio Hidroxido de sodio | Espectrofotometro Balanza analítica |
| Fosforo Total - Fosfatos | Ácido Sulfurico Acido Ascorbico Estandar de Fosfato Fenoltaleina Hidroxido de Sodio Molibdato de Amonio Tartrato de Potasio y Antimonio | Espectrofotometro Plancha de calentamiento Balanza analítica |
| Nitratos | Ácido fosfórico Cloruro de Amonio Gránulos de Cadmio Hidroxido de Amonio n(1-naftil) etilendiamina | Espectrofotometro Balanza analítica |
| Sulfuros | Ácido amino sulfúrico Cloruro de hierro (III) Sulfuro de sodio nonahidratado | Espectrofotometro Balanza analítica |

5.4 Metodología de Análisis de Agua

5.4.1 Determinación de Fósforo Total y Fosfatos

El fósforo se encuentra en aguas naturales y en aguas residuales casi exclusivamente como fosfatos. Estos fosfatos se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados y fosfatos ligados orgánicamente. Se presentan en solución, partículas o detritos, o en los cuerpos de organismos acuáticos

Principio:

El molibdato de amonio y el tartrato potásico de antimonio reacciona en medio ácido con ortofosfato para formar un ácido heteropoli fosfomolibdico, que se reduce a azul de molibdeno de color intenso por el ácido ascórbico.

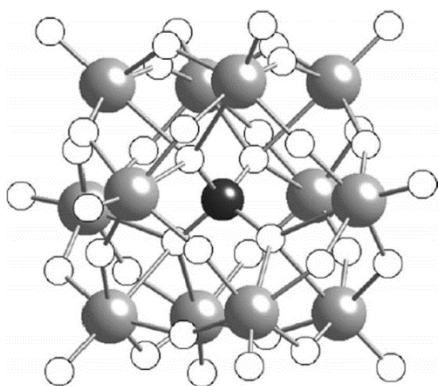
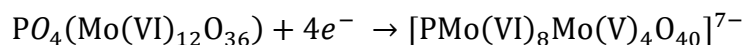
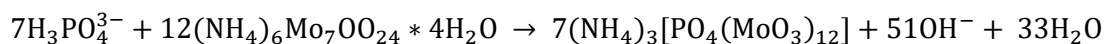


Figura N° 04: Estructura Keggin del ion $[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}]^{3-}$, donde las esferas negras, grises y blancas representan al P, Mo y O respectivamente (Nagul, E., Mckelvie, I., Worsfold, P. & Kolev, S., 2015).

Interferencia:

Los principales interferentes son los arseniatos puesto a que también reaccionan con el reactivo de molibdato produciendo un color azul similar a aquel formado con fosfato.

Procedimiento:

Se midió 50 mL de la muestra completamente mezclada previa verificación del pH con una gota de solución indicadora de fenolftaleína.

Digestión: Se adicionó 1 mL de solución de H_2SO_4 11N y 0.5 g de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ sólido. Se digirió en una placa calefactora durante 30 minutos hasta alcanzar un volumen final de 10 mL aproximadamente. Una vez enfriada la muestra a temperatura ambiente, se adicionó una gota de solución indicadora de fenolftaleína y se neutralizó hasta un color rosa tenue con NaOH. Luego se completó hasta 100 mL con agua destilada.

Análisis: Se tomó una alícuota de 50 mL de la muestra digerida en un matraz Erlenmeyer de 125 mL. Se adicionó 8.0 mL de reactivo combinado (5.0 mL de H_2SO_4 , 5.0 mL de solución de tartrato de potasio de antimonio, 15 mL de la solución de molibdato de amonio, y 30 mL de la solución de ácido ascórbico) y se mezcló bien. Después de por lo menos 10 minutos pero no más de 30 minutos, se midió la absorbancia de cada muestra a 880 nm.

Preparación de la curva de calibración: Se preparó cuatro estándares de concentraciones de 0.1, 0.2, 0.5 y 1.0 ppm a partir de una solución de fosfato de sodio de 1000 mg PO_4 -P/L. Luego se procedió a analizar los estándares de la misma manera que la muestra.

Para el análisis de Fosfatos, se obvia el paso de digestión.

Calculo:

$$\frac{mgP}{L} = [mg \text{ de } PO_4 - P/L] \times Fd$$

Donde:

mgP/L: Concentración de Fósforo Total en mg/L.

mg de PO₄-P/L: Concentración de Fosfatos expresados como Fósforo en mg/L

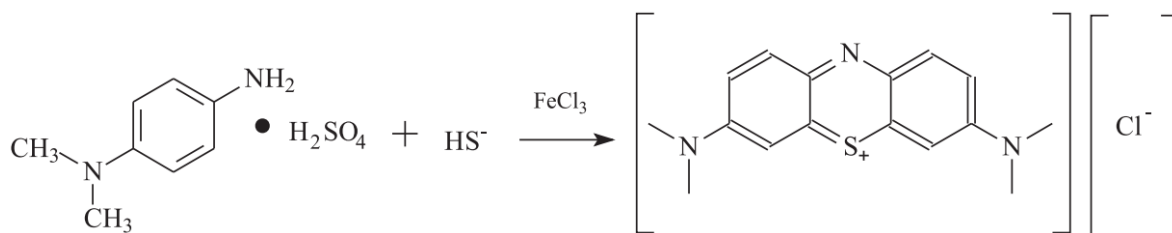
Fd: Factor de dilución

5.4.2 Determinación de Sulfuros

Con frecuencia los sulfuros se encuentran en aguas subterráneas y sedimentos. Se producen por la descomposición de la materia orgánica y reducción bacteriana de sulfatos. Se encuentra con frecuencia en aguas residuales, industriales o municipales. El sulfuro de hidrógeno que escapa al aire a partir de las aguas residuales que contienen sulfuros es muy tóxico y ha provocado la muerte de numerosos trabajadores. Ataca directamente e indirectamente a los metales y ha producido corrosiones graves en las alcantarillas del cemento por oxidarse biológicamente en la presencia de oxígeno a H₂SO₄ en las paredes de las tuberías. El H₂S disuelto es tóxico para pescados y otros organismos acuáticos.

Principio:

El método de azul de metileno se basa en la reacción de sulfuro, cloruro férrico y dimetil-p-fenilendiamina para producir azul de metileno. Se añade fosfato amónico después del desarrollo del color, para eliminar el color del cloruro férrico. El procedimiento es aplicable a concentraciones de sulfuro entre 0,1 y 20,0 mg/L.



Reacción del hidrogenosulfuro con con N,N-dimetil-p-fenilendiamina en presencia de cloruro férrico para obtener azul de metileno.

Interferencias:

Los interferentes más comunes son los agentes fuertemente reductores puesto que impiden la formación del color azul. El sulfuro mismo impide la reacción si su concentración es muy alta, en el rango de varios cientos de miligramos por litro.

Se pueden eliminar las interferencias debidas a sulfito, tiosulfato, yoduro y muchas otras sustancias solubles, pero no el ferrocianuro, precipitando previamente ZnS, eliminando el sobrenadante y sustituyéndolo por agua destilada. Este procedimiento sirve también para concentrar el sulfuro, incluso si no es necesario la eliminación de interferencias.

Procedimiento:

Se añadió 7.5 mL de muestra a un tubo de ensayo, previa agitación vigorosa de la misma debido a su preservación con acetato de zinc. Luego se adicionó 0.5 mL de reactivo de ácido aminosulfúrico y 0.15 mL (tres gotas) de solución FeCl₃ al tubo de ensayo. Se mezcló inmediatamente invirtiendo lentamente, la aparición de la coloración azul indicó la presencia de S²⁻. Se esperó 3 minutos y se adicionó 1.6 mL de la solución (NH₄)₂HPO₄ al tubo de ensayo. Luego de una espera de 15 minutos para la formación del color azulado se procedió a medir la absorbancia a 840nm.

Preparación de la curva de calibración: Se preparó cinco estándares de concentraciones de 0.005, 0.01, 0.05, 0.1 y 0.2 mg/L de S^{2-} a partir de una solución de sulfuro de sodio noahidratado ($Na_2S \cdot 9H_2O$) de 1000 mg S^{2-} /L. Luego se procedió a analizar los estándares de la misma manera que la muestra.

Cálculo:

$$\frac{mgS^{2-}}{L} = [mg \text{ de } S^{2-} / L] x Fd$$

Donde:

mg S^{2-} /L: Concentración de Sulfuros en mg/L.

Fd: Factor de dilución

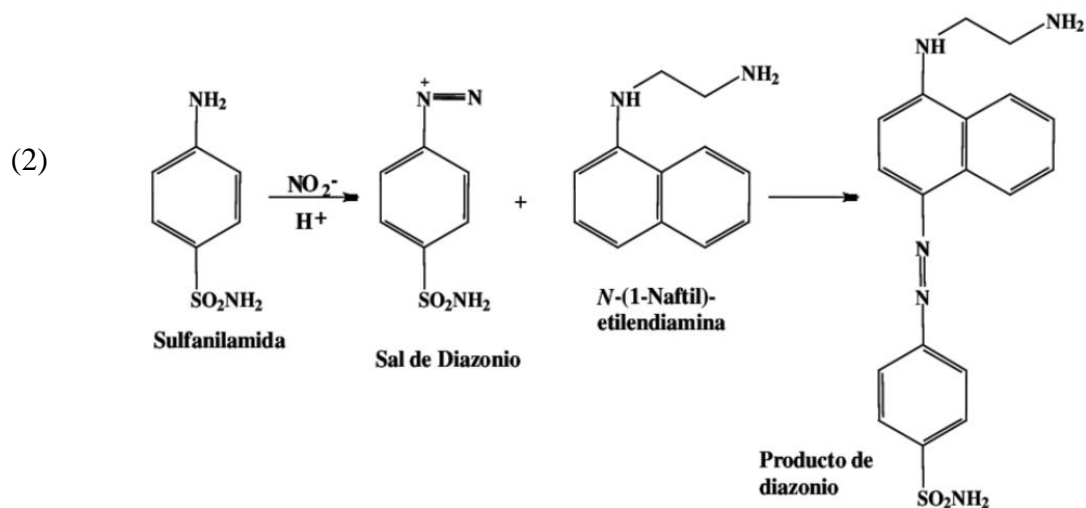
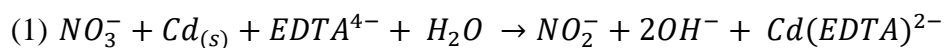
5.4.3 Determinación de Nitrato

La determinación de nitratos (NO_3^-) es difícil debido a los procedimientos relativamente complejos que se requiere, además de la alta probabilidad que los compuestos de interferencia estén presentes y rangos de concentración limitados de varias técnicas.

Principio:

El nitrato en la muestra se reduce cuantitativamente a nitrito en presencia de cadmio. Se utilizó gránulos de Cd disponibles comercialmente tratados con sulfato de cobre ($CuSO_4$) y empacados en una columna de vidrio.

El nitrito producido se determina al diazotizar la sulfanilamida y al unir con diclorhidrato N-(1-naftil)-etilendiamina para formar un tinte azo altamente coloreado que se mide colorimétricamente. Se puede hacer una corrección para cualquier NO_2 presente en la muestra mediante el análisis sin el paso de reducción.



Reducción de nitrato a nitrito usando cadmio (1) y acoplamiento de sulfanilamida diazotizada con diclorhidrato N-(1-naftil)-etilendiamina formando un colorante azo púrpuro rojizo.

Reacción Interferencias:

Se debe tener cuidado con la materia suspendida en la columna puesto que restringirá el flujo de muestra. Eliminar las partículas grandes o fibrosas mediante la filtración de muestra a través de lana de vidrio. Las concentraciones de hierro, cobre y otros metales por encima de varios miligramos por litro disminuyen la eficiencia de reducción para lo cual se adicionar EDTA a las muestras con el fin de eliminar estas referencias. Otras inferencias son los aceites y grasas, puesto que recubren la superficie de Cd impidiendo una óptima reducción, estas

interferencias pueden ser eliminadas mediante extracción con un solvente orgánico. El cloro residual puede interferir mediante oxidación de la columna de Cd, reduciendo su eficiencia. Esta interferencia se elimina mediante adición de solución de sulfato de sodio.

Procedimiento:

Previo a la toma de muestra, se ajustó que el pH se encuentre entre 7 y 9 usando HCl o NaOH diluido con el fin de asegurar un pH de 8.5 después de adicionar la solución NH₄Cl-EDTA.

A 25.0 mL de muestra tomada, se adicionó 75 mL de solución de NH₄Cl-EDTA y se mezcló. Se vertió la muestra mezclada en la columna y se recolectó en un matraz a una velocidad de 7 a 10 mL/minuto obviando los primeros 25 mL. No fue necesario lavar las columnas entre muestras debido a que para este propósito se obviaron los primeros 25 mL. Nunca se debe dejar secar la columna de Cd.

De inmediato, antes de dejar pasar 15 minutos luego de la recolección, se adicionó 2.0 mL de reactivo de color a 50 mL de muestra y se mezcló. Se midió la absorbancia a 543 nm antes de que pasen 2 horas luego de haber adicionado el reactivo de color.

Preparación de la curva de calibración: Se preparó cinco estándares de concentraciones de 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 y 1.0 mg/L de NO₃-N a partir de una solución de nitrato de potasio de 1000 mgNO₃-N/L. Luego se procedió a analizar los estándares de la misma manera que la muestra.

Cálculo:

$$\frac{mg\ NO_3^-}{L} = \left(\left[mg\ de\ NO_2^- - \frac{N}{L} \right] final \times Fd - \left[mg\ de\ NO_2^- - \frac{N}{L} \right] inicial \right) \times 4.429$$

Donde:

$mg\ NO_3^-/L$: Concentración de Nitratos en mg/L.

Fd: Factor de dilución

5.4.4 Determinación de Fenoles

Los compuestos fenólicos penetran en los ecosistemas como resultado del drenaje de las aguas residuales municipales e industriales a las aguas superficiales. Por otra parte, la presencia de estos fenoles en el medio ambiente se deriva de la producción y el uso de numerosos plaguicidas, como así también de biocidas fenólicos y pesticidas. Algunos fenoles se forman como resultados de procesos naturales, como la formación de fenol y *p*-cresol durante la descomposición de la materia orgánica o la síntesis de fenoles clorados por los hongos y las plantas (Michalowicz & Duda, 2006).

Los fenoles definidos como hidroxí-derivados del benceno y sus núcleos condensados, pueden aparecer en aguas residuales domésticas e industriales, aguas naturales y en los suministros de agua potable. Una característica importante del fenol es la reactividad que presenta con el cloro. En el proceso de cloración para la desinfección de agua se pueden producir (si el agua contiene fenol o un derivado de éste) clorofenoles, ya que el cloro puede sustituir fácilmente los átomos de hidrógeno del anillo aromático (Baird, 2004). Los compuestos fenólicos clorados, son los biocidas más poderosos, pero también son los más tóxicos para la salud humana.

Interferencias

Las interferencias, tales como bacterias que descomponen el fenol, sustancias oxidantes y reductoras, y valores de pH alcalinos son tratadas por acidificación. Algunas aguas residuales altamente contaminadas pueden requerir técnicas especializadas para eliminar las interferencias y para recuperar cuantitativamente los compuestos fenólicos.

Eliminar oxidantes, tales como el cloro y aquellos detectados por la liberación de yodo al acidificar en presencia del yoduro de potasio (KI). Eliminar inmediatamente después del muestreo adicionando sulfato ferroso (FeSO_4) en exceso. Si los agentes oxidantes no son eliminados, los compuestos fenólicos serán oxidados parcialmente.

Compuestos de azufre: eliminar por acidificación a pH 4.0 con H_3PO_4 y airear brevemente agitando. Esto elimina la interferencia del sulfuro de hidrogeno (H_2S) y el dióxido de azufre (SO_2).

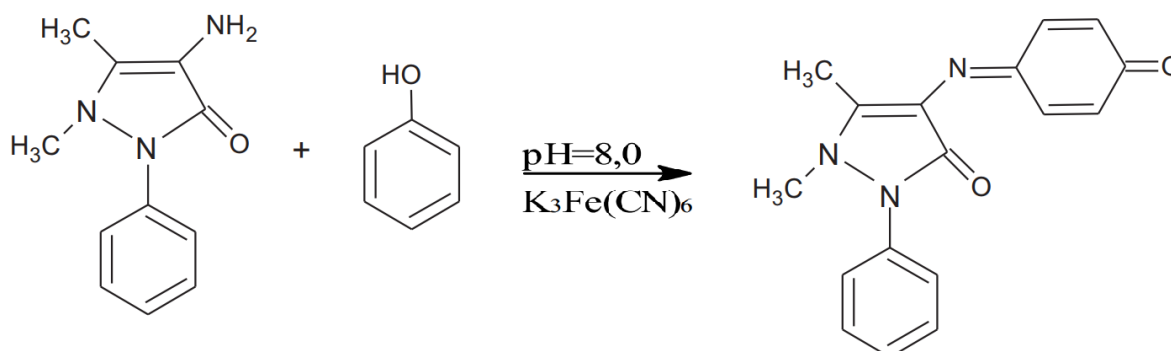
Aceites y alquitranes: Hacer una extracción alcalina ajustando a un pH entre 12 y 12.5 con bolitas de NaOH. Extraer el aceite y el alquitrán de la solución acuosa con 50 mL de cloroformo (CHCl_3).

Todas las interferencias son eliminadas o reducidas al mínimo si la muestra es conservada, almacenada, y destilada de acuerdo con las instrucciones precedentes.

Principio:

Los fenoles destilables en vapor reaccionan con 4-amino-antipirina a $\text{pH } 7.9 \pm 0.1$ en presencia de ferrocianuro de potasio para formar un tinte de antipirina coloreado. Este tinte es extraído de la solución acuosa con CHCl_3 y la absorbancia se mide a 460 nm. Este método

cubre el rango de la concentración de fenol de 1.0 ug/L a más de 250 ug/L con una sensibilidad de 1 ug/L.



El agente oxidante de ferrocianuro de potasio oxida al fenol al radical fenoxi el cual reacciona con la 4-aminoantipirina para formar un colorante purpura rojizo de quinoneimina.

Procedimiento:

Se midió 500 mL de muestra en un beaker, luego se ajustó el pH a aproximadamente 4.0 con H₃PO₄ utilizando el indicador naranja de metilo para luego ser transferido al aparato de destilación.

Se recolectó un total de 500 mL de la destilación, se adicionó 12.0 mL de 0.5 N NH₄OH y se ajustó inmediatamente el pH a 8.0 con buffer de fosfato. Se transfirió a un embudo de separación de 1L. Se adicionó 3.0 mL de solución de aminoantipirina, una vez mezclado bien, se adicionó 3.0 mL de solución de K₃Fe(CN)₆, se agitó vigorosamente y se esperó a que se desarrolle color durante 15 minutos.

Una vez desarrollado el color, se extrajo inmediatamente con 25 mL de CHCl₃ agitando el embudo de separación por 10 veces, una vez que el CHCl₃ se asentó, se agitó nuevamente 10 veces y se dejó que el CHCl₃ se asiente nuevamente. Se filtró cada extracto de CHCl₃ a través

de papel filtro con una capa de 5 g de Na₂SO₃ anhidro. Los extractos recolectados fueron medidos a 460 nm con celda de cuarzo de 1 cm.

Preparación de la curva de calibración: Se preparó un blanco de agua destilada de 500 mL y una serie de 500 mL de soluciones estándares de fenol con concentraciones 2.5, 10, 20, 40 y 50 ug/500mL de fenol. Luego se procedió a analizar los estándares de la misma manera que la muestra obviando la parte de destilación.

Cálculo:

$$\frac{ug\ fenol}{L} = [ug\ de\ fenol/L] \times Fd$$

Donde:

ug de fenol/L: Concentración de fenoles en ug/L.

Fd: Factor de dilución

5.4.5 Determinación de Demanda Química de Oxígeno (DQO)

La demanda química de oxígeno (DQO) se define como la cantidad de un oxidante específico que reacciona con la muestra bajo condiciones controladas. La cantidad de oxidante consumo se expresa en términos de equivalencia en oxígeno. Debido a esta propiedad química, el ion dicromato (Cr₂O₇²⁻) es el oxidante para este método el cual se reduce a ion crómico (Cr³⁺) en estas pruebas.

A menudo, la DQO se emplea para medir contaminantes en aguas residuales y aguas naturales.

Interferencias y Limitaciones:

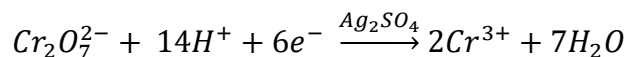
La oxidación de la mayoría de compuestos orgánicos es del 95 a 100% del valor teórico. La piridina y los compuestos relacionados resisten la oxidación y los compuestos orgánicos volátiles reaccionaran en proporción a su contacto con el oxidante. Los compuestos alifáticos de cadena lineal se oxidan más efectivamente en presencia de un catalizador de sulfato de plata.

El interferente más común es el ion cloruro. El cloruro reacciona con el ion plata para precipitar en cloruro de plata, y así inhibe la actividad catalítica de la plata. El bromuro, el yoduro y cualquier otro reactivo que inactiva el ion plata pueden interferir de modo similar. Tales interferencias son negativas ya que tienden a limitar la acción de oxidación del ion dicromato. Sin embargo, bajo los rigurosos procedimientos de digestión para análisis de DQO, el cloruro, el bromuro o el yoduro pueden reaccionar con el dicromato para producir la forma elemental del halógeno y el ion crómico. Los resultados entonces mostraran un alto error. Las dificultades causadas por la presencia del cloruro pueden ser superadas en gran parte, aunque no completamente, por formación de un complejo con sulfato de mercurio.

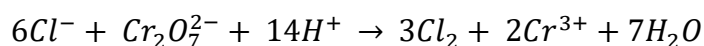
Principio:

Al digestar una muestra, el ion dicromato oxida el material DQO en la muestra; dando como resultado el cambio del cromo hexavalente (VI) al estado trivalente (III). Ambas especies de cromo son coloreadas y absorben en la región visible del espectro. El ion dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) absorbe al máximo en la región de 400 nm, donde la absorción del ion crómico (Cr^{3+}) es mucho menor. El ion crómico absorbe al máximo en la región de 600 nm, donde el dicromato tiene una absorción cercada a cero.

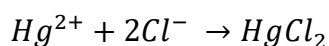
Reacción principal:



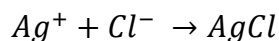
Los cloruros pueden interferir de acuerdo a la siguiente reacción:



Para evitar esta interferencia, se adiciona HgSO_4



Con insuficiente HgSO_4 se forma un precipitado de cloruro de plata:



Para valores de DQO entre 100 y 900 mg/L (rango alto), se determina el incremento de Cr^{3+} en la región de 600 nm. Se pueden obtener valores más altos por la dilución de la muestra. Los valores de DQO de 90 mg/L o menores (rango bajo) se pueden determinar siguiendo la disminución de $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ a 420 nm. La generación correspondiente de Cr^{3+} da un pequeño incremento de la absorción a 420 nm, pero es compensado en el procedimiento de calibración.

Procedimiento:

Se tomó 2.5 mL de muestra en un tubo de digestión, luego 1.5 mL de solución de digestión ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) y finalmente, con cuidado se adicionó la solución de ácido sulfúrico. Se tapó los tubos herméticamente con sus tapas y se invirtió cada uno varias veces para mezclar completamente antes de la aplicación de calor con el fin evitar un calentamiento local de fondo del recipiente y resulte en una reacción explosiva. Se colocaron los tubos en el digestor

precalentado a 150 °C para dar inicio a reflujo durante 2 h. Una vez terminada la digestión, se esperó a que los tubos se enfríen a temperatura ambiente en una gradilla. Se midió las absorbancias de las muestras de rango alto a 600 nm y rango bajo a 420 nm.

Preparación de la curva de calibración: Para la curva de rango bajo se preparó una serie de 5 estándares con concentraciones de 10, 20, 50, 70 y 90 mgO₂/L y para la curva de rango alto las concentraciones fueron de 100, 200, 500, 700 y 900 mgO₂/L, ambas curvas se prepararon a partir de un estándar de potasio hidrógeno ftalato (425 mg de KHP diluido a 1000 mL con agua destilada).

Cálculo:

$$\frac{DQO \text{ como } mg \text{ de } O_2}{L} = [mg \text{ de } O_2] \times Fd$$

Donde:

mg de O₂/L: Concentración de DQO como mg de O₂ /L.

Fd: Factor de dilución

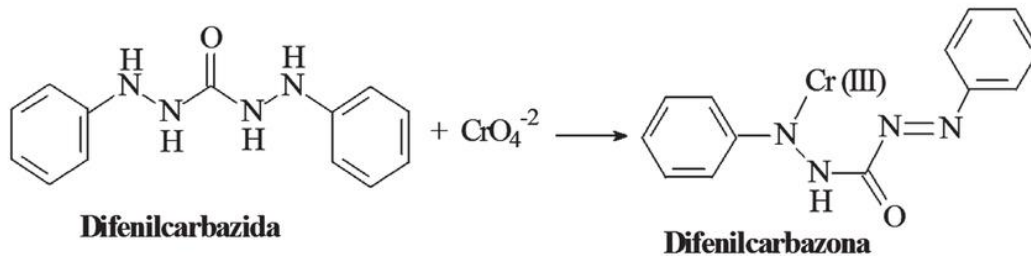
5.4.6 Determinación de Cromo IV

El cromo es un metal que se encuentra en la naturaleza en varias combinaciones con otras sustancias. Está distribuido por toda la corteza terrestre, pero presenta una concentración mayor en las rocas básicas, de donde es extraído para su utilización en diversas actividades industriales, principalmente en metalurgia, química y en producción de pigmentos. Puede presentarse en la forma iónica con valencia +2,+3 ó +6. De éstas las más importantes en cuanto a sus efectos sobre la salud humana, son la trivalente (+3) y la hexavalente (+6). La forma trivalente es una forma esencial para el metabolismo humano, el cromo hexavalente es toxico.

El cromo se considera no esencial para las plantas, pero si es un elemento traza para animales. Los compuestos hexavalentes han demostrado ser cancerígenos por inhalación y son corrosivos para el tejido. Las directrices de cromo para agua natural están ligadas a la dureza o alcalinidad del agua (es decir, cuanto más suave el agua, menor el nivel permitido para cromo). La FAO recomienda un nivel máximo para aguas de irrigación de 100 ug/L.

Principio:

EL cromo hexavalente se determina colorimétricamente por una reacción de óxido reducción con difenilcarbazida en medio ácido para dar Cr^{+3} y 1,5-difenilcarbazona de color violeta que se lee espectrofotométricamente a 540 nm. La intensidad de color es directamente proporcional a la concentración de cromo hexavalente.



Reacción de formación del complejo de Cr(III) y difenilcarbazona

Interferencias:

La reacción con difenilcarbazona es casi específica para cromo. El molibdeno hexavalente y las sales de mercurio reaccionarían para formar color con el reactivo, pero las intensidades son muy inferiores a las del cromo en el pH especificado. Las concentraciones de Mo o Hg tan altas como 200 mg/L pueden ser toleradas. El vanadio interfiere bastante, pero las concentraciones hasta 10 veces la del cromo no resultarán en error analítico significativo. El hierro en concentraciones más altas a 1 mg/L pueden producir un color amarillo, pero el color del ión férrico (Fe^{3+}) no es fuerte y no presenta dificultad normalmente si la absorbancia es medida fotométricamente a la longitud de onda apropiada.

Procedimiento:

Antes del análisis, se añadió 5 gotas de H_3PO_4 y H_2SO_4 0.2 N hasta ajustar la muestra a pH 2.0 con el uso de un pH metro.

Se transfirió 100 mL de la solución a un matraz, se adicionó 2.0 mL de solución de difenilcarbazona, se mezcló y se esperó al menos 5 minutos para el desarrollo completo de color. Se midió su absorbancia a 530 nm en celda de 1 cm.

Preparación de la curva de calibración: Se preparó un blanco de agua destilada y cuatro estándares de 5.0, 10, 25, 50 ugCr(VI)/100mL a partir de una solución stock de dicromato de potasio (141.4 mg de K₂Cr₂O₇ diluido en 100 mL de agua). Luego se procedió a analizar los estándares de la misma manera que la muestra.

Cálculo:

$$\frac{mg\ Cr\ VI}{L} = [ug\ de\ CrVI/L]xFd$$

Donde:

mg Cr VI/L: Concentración de cromo hexavalente como mg de Cr+6 /L.

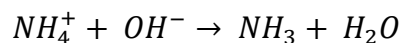
Fd: Factor de dilución

5.4.7 Determinación de Nitrógeno (Amoniaco)

El nitrógeno es uno de los elementos más importantes para la vida, pero es muy escaso en el agua. Sus fuentes principales son el aire (asimilado por algunas algas), adobos y materia orgánica en descomposición (hojas y aguas fecales). El nitrógeno que proviene de la descomposición de vegetales, animales y excrementos pasa por una serie de transformaciones. En el caso de los vegetales y animales, el nitrógeno se encuentra en forma orgánica. Al llegar al agua, es rápidamente transformado en nitrógeno amoniacal, pasando después para a nitritos y finalmente a nitratos. Esas dos últimas transformaciones solamente ocurren en las aguas que contengan bastante oxígeno disuelto, pues son efectuadas por bacterias de naturaleza aerobia- llamadas nitro bacterias. De esa forma, cuando encontramos mucho nitrógeno amoniacal en el agua, estamos en presencia de materiales orgánicos en descomposición y por lo tanto en un medio pobre en oxígeno.

Principio:

El electrodo selectivo de amoníaco utiliza una membrana hidrofóbica permeable al gas para separar la solución de la muestra de una solución interna del electrodo de cloruro de amonio. El amoníaco disuelto ($\text{NH}_3(\text{aq})$ y NH_4^+) se convierte en $\text{NH}_3(\text{aq})$ aumentando el pH por encima de 11 con una base fuerte. $\text{NH}_3(\text{aq})$ se difunde a través de la membrana y cambia el pH de la solución interna que es detectado por un electrodo de pH. El nivel fijo del cloruro en la solución interna es detectado por un electrodo selectivo de ión cloruro que sirve como electrodo de referencia. Las mediciones potenciométricas se hacen con un medidor de pH que tenga escala expandida en milivoltios.



Formación de amoníaco a partir del ion amonio.

Interferencias

La glicina, urea, ácido glutámico, cianatos y la acetamida hidrolizan muy lentamente en solución y reposo, pero solo la urea y los cianatos hidrolizarán en la destilación a pH 9,5. La hidrólisis llegará a alrededor del 7% en este pH para la urea, y alrededor del 5% para cianatos. Los compuestos alcalinos volátiles, como la hidracina y las aminas, influirán en los resultados titulométricos. El cloro residual reacciona con el amoníaco; eliminar tratando previamente la muestra. Si posiblemente una muestra contiene cloro residual, inmediatamente al momento de la toma, tratar con agente decolorante.

Procedimiento:

Se colocó 100 mL de muestra en un beaker de 150 mL. Se sumergió el electrodo y se mezcló con un agitador magnético a baja velocidad para evitar la posible pérdida de amoníaco de la solución. Se adicionó 1 mL de NaOH para aumentar el pH por encima de 11. Se mantuvo el electrodo en la solución hasta obtener una lectura estable en milivoltios (por lo menos de 2 a 3 minutos).

Preparación de la curva de calibración: Se preparó una serie de soluciones estándar con concentraciones de 1000, 100, 10,1 y 0.1 mg de NH₃-N/L a partir de una solución stock de cloruro de amonio (3.819 g de NH₄Cl diluidos en agua a 1000 mL). Luego se procedió a analizar los estándares de la misma manera que la muestra empezando desde la concentración más baja hasta la más alta.

Cálculo:

$$\frac{mgNH_3 - N}{L} = [mg \text{ de } NH_3 - N / L] \times Fd$$

Donde:

$mgNH_3 - N/L$: Concentración de Nitrógeno Amoniacal en mg/L.

Fd: Factor de dilución

5.4.8 Determinación de Demanda Bioquímica de Oxígeno

La determinación de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO) es una prueba empírica en la cual se utilizan procedimientos de laboratorio estandarizados para determinar los requerimientos relativos de oxígeno en aguas residuales, efluentes y aguas contaminadas. Su amplia aplicación permite medir las descargas de los residuos en las plantas de tratamiento y evaluar la eficacia de la eliminación de la DBO de dichos sistemas de tratamiento. La prueba mide el oxígeno molecular utilizado durante un periodo de incubación específico para la degradación bioquímica de la materia orgánica (demanda de carbono), y el oxígeno utilizado para oxidar la materia inorgánica, como los sulfuros y hierro ferroso. También puede medir.

Aquí se describen las mediciones de oxígeno consumido en un periodo de prueba de 5 días (DBO de 5 días o BDO 5), existe otras variaciones en la determinación de la demanda de oxígeno que incluye el uso de periodos de incubación más cortos o más largos y pruebas para determinar los rangos de consumo de oxígeno. Se pueden elegir condiciones alternativas de siembra, dilución e incubación para imitar las condiciones de aguas receptoras, con el fin de proporcionar un cálculo aproximado de los efectos ambientales de las aguas residuales y los efluentes.

Interferencias:

Si hay cloro residual, eliminar el cloro de la muestra. En algunas muestras el cloro desaparecerá dentro de 1 a 2 horas después de su exposición a la luz. Para las muestras en las que el cloro residual no se disipe en un corto tiempo razonable, eliminar el cloro residual adicionando solución de Na_2SO_3 .

Si la muestra presenta una supersaturación con OD, reducirlo hasta la saturación calentando la muestra a aproximadamente 20 ± 3 °C en botellas parcialmente llenas mientras se agitan vigorosamente.

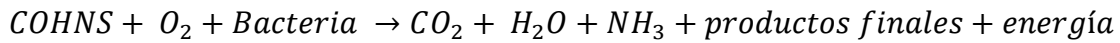
La presencia de peróxido de hidrogeno debe ser eliminada antes de la prueba de DBO para lo cual se mezcla la muestra vigorosamente en recipientes abiertos durante un tiempo suficiente para permitir que el peróxido de hidrogeno se disipe. La eliminación de peróxido se puede considerar completa cuando el OD ya no aumenta durante un periodo de 30 min. sin mezclar.

Si el pH no está entre 6.0 y 8.0 se debe ajustar la temperatura a 20 ± 3 °C y luego ajustar el pH de 7.0 a 7.2 utilizando ácido sulfúrico o hidróxido de sodio.

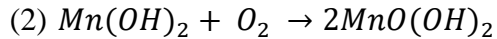
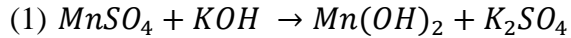
Principio:

La DBO es calculada mediante la diferencia entre el oxígeno disuelto inicial y final de una muestra diluida en una botella hermética incubada a una temperatura específica durante 5 días, esta diferencia de oxígeno es la cantidad

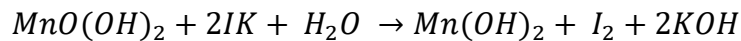
El método consiste en llenar una botella hermética de tamaño específico hasta el borde con una muestra diluida e incubarla a la temperatura especificada durante 5 días. El oxígeno disuelto se mide al inicio y después de la incubación, y la DBO se calcula de la diferencia entre el OD inicial y final. Debido a que el OD inicial es determinado poco después de la dilución, todo el consumo de oxígeno que ocurre después de esta medición está incluida en la medición de la DBO.



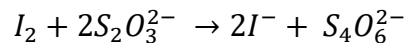
Oxidación de la materia orgánica por parte de microorganismos en un medio aeróbico



Reacción para fijar el oxígeno disuelto, ausencia de O_2 en (1) y presencia de O_2 en (2).



Reacción de liberación de Yodo



Titulación de Yodo por volumetría con tiosulfato de sodio

Procedimiento:

Agua de dilución: Se verificó que el oxígeno disuelto del agua de dilución sea por lo menos de 7.5 mg/L, luego se adicionó 1 mL de las soluciones de buffer de fosfato, de $MgSO_4$ de $CaCl_2$ y de $FeCl_3$ por cada litro de agua de dilución.

Poner las muestras a $20 \pm 3^\circ C$ antes de hacer las diluciones.

Se realizó tres diluciones por cada muestra preparada para producir un OD residual de por lo menos 1.0 mg/L y una diferencia de OD de como mínimo 2.0 mg/L luego de la incubación.

Se completó el llenado de cada botella adicionando suficiente agua de dilución de tal manera que al insertar el tapón no se dejó burbujas en la botella, se midió el OD inicial dentro de los 30 min. luego de haber preparado la dilución. Finalmente, se tapó todas las botellas herméticamente.

Se colocó las botellas de DBO tapadas y selladas en una incubadora a 20°C, conteniendo las diluciones deseadas. Se verificó que no haya ingreso de luz para evitar el crecimiento de algas en las botellas durante la incubación.

Después de 5 días incubación, se determinó el OD en todas las diluciones de las muestras.

Cálculo:

$$\frac{mg\ DBO5}{L} = [OD_i - OD_f] \times Fd$$

Donde:

mg de DBO5/L: Concentración de DBO en mg/L.

OD_i: Oxígeno disuelto antes del periodo de incubación.

OD_f: Oxígeno disuelto después del periodo de incubación.

Fd: Factor de dilución

5.4.9 Determinación de Aceites y Grasa

En la determinación de aceite y grasa, no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica. En lugar de es, los grupos de sustancias con características físicas similares se determinan cuantitativamente en base a su solubilidad común en un solvente de extracción orgánico. El aceite y grasa se define como cualquier material recuperado de una sustancia soluble en el solvente. Incluye otro material extraído por solvente de una muestra acidificada y no se volatilizan durante el ensayo.

El método presentado a continuación es adecuado para lípidos biológicos e hidrocarburos minerales. También es adecuado para la mayoría de aguas residuales industriales o efluentes tratados que contienen estos materiales, aunque la complejidad de muestra puede resultar en

resultados bajos o altos debido a la ausencia de especificad analítica. El método no es aplicable para la medición de fracciones de baja ebullición que volatiliza a temperaturas por debajo de 85°C.

Ciertos compuestos medidos por el análisis de aceite y grasa pueden influir en los sistemas del tratamiento de aguas residuales. Si se encuentran presentes en cantidades excesivas; pueden interferir con procesos biológicos aeróbicos y anaeróbicos y llevan a la eficiencia disminuida de tratamiento de aguas residuales. Cuando se descarga en agua residual o efluentes tratados, pueden producir películas de superficie y depósitos de la línea de la costa que llevan a la degradación ambiental. Un conocimiento de la cantidad de aceite y grasa presente es útil en el diseño y operación apropiados de sistemas de tratamiento de aguas residuales y también pueden llamar la atención para ciertas dificultades de tratamiento.

En la ausencia de los productos industriales especialmente modificados, el aceite y grasa tienen dos componentes primarios: materia grasa de fuentes de animales y vegetales e hidrocarburos de origen de petróleo. La porción de aceite y grasa de cada uno de estos dos componentes principales pueden ser determinadas con este método. Un conocimiento de la composición relativa de una muestra minimiza la dificultad para determinar la fuente principal del material y simplifica la corrección de los problemas de aceite y grasa en la operación de la planta de tratamiento de aguas residuales y supresión de contaminación de corriente.

Principio:

Aceite y grasa disuelta o emulsificada es extraída del agua por contacto íntimo con un solvente de extracto. Algunos extraíbles especialmente grasas no saturadas y ácidos grasos,

se oxidan fácilmente; por tanto, se incluyen precauciones especiales con respecto a la temperatura y desplazamiento de vapor solvente para minimizar este efecto. Los solventes orgánicos agitados con algunas muestras pueden formar una emulsión que es muy difícil de romper. Este método incluye un medio para manejar tales emulsiones. La recuperación de solventes se discute. La recuperación de solvente puede reducir las emisiones de vapor en la atmósfera y costos.

Interferencias:

Los solventes orgánicos tienen la habilidad de disolver no solamente aceite y grasa sino también otras sustancias orgánicas. Cualquier sustancia soluble en solvente filtrable (Ej.: azufre elemental, compuestos aromáticos complejos, derivados de hidrocarburo de cloro, azufre y nitrógeno y ciertos tintes orgánicos) que es extraída y recuperada se define como aceite y grasa. Ningún solvente conocido disolverá selectivamente solo aceite y grasa. Los residuos de petróleo más pesados pueden contener una porción significativa de materiales que no son extraíbles en solvente. El método es enteramente empírico; duplicar los resultados con un alto grado de precisión se pueden obtener solamente por adherencia estricta a todos los detalles.

Procedimiento:

Se transfirió 1L de muestra acidificada con H_2SO_4 hasta pH 2, a una pera decantadora. Cuidadosamente se enjuagó el frasco de muestra con 30 mL de solvente de extracción y se adicionó los lavados de solvente a la pera decantadora. Se agitó vigorosamente durante 2 minutos. Se dejó que las capas se separen. Se decantó una capa acuosa y una pequeña cantidad de capa orgánica en el recipiente de muestra original. Se decantó la capa de solvente

a través de un embudo que contenía un papel de filtro y 10 g de Na₂SO₄, que habían sido enjuagados en solvente anteriormente, dentro de un balón de destilación limpio que contiene perlas de ebullición. Cuando no se pudo obtener una capa transparente de solvente debido a presencia de emulsión de más de 5 mL, se transfirió la emulsión y las capas de solvente en un tubo centrifuga de vidrio para luego centrifugarse durante 5 minutos a 2400 rpm. Se transfirió el material centrifugado a una pera decantadora apropiada y se decantó la capa de solvente a través de un embudo con un papel de filtro y 10 g de Na₂SO₄. Se destiló el solvente del balón de destilación en un baño de agua a 85 °C. Se enfrió en un desecador hasta obtener un peso constante.

Cálculo:

$$\frac{\text{mg de aceite y grasa}}{L} = W_r/V_s$$

Donde:

mg de aceite y grasa/L: Concentración de aceite y grasa en mg/L.

W_r = peso total del frasco y residuo, menos el peso de tara del frasco

V_s = volumen inicial de muestra, L

VI Resultados

1. Determinación de Fosfatos

Tabla N° 7: Resultado mensual de fosfato en mg/L por estación de muestreo

| | ENERO | FEBRERO | MARZO | ABRIL | JULIO | AGOSTO | SETIEMBRE | OCTUBRE |
|-----------------------------------|-------|---------|-------|-------|-------|--------|-----------|---------|
| VERT API SUR 500 M AGUAS ARRIBA | 0.13 | 0.151 | 0.096 | 0.058 | 0.11 | 0.089 | 0.112 | 0.031 |
| VERT API SUR 500 M AGUAS ABAJO | 0.1 | 0.1 | 0.086 | 0.094 | 0.101 | 0.106 | 0.114 | 0.024 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ARRIBA | 0.154 | 0.129 | 0.08 | 0.069 | 0.086 | 0.087 | 0.179 | 0.028 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ABAJO | 0.141 | 0.176 | 0.105 | 0.076 | 0.107 | 0.091 | 0.191 | 0.021 |

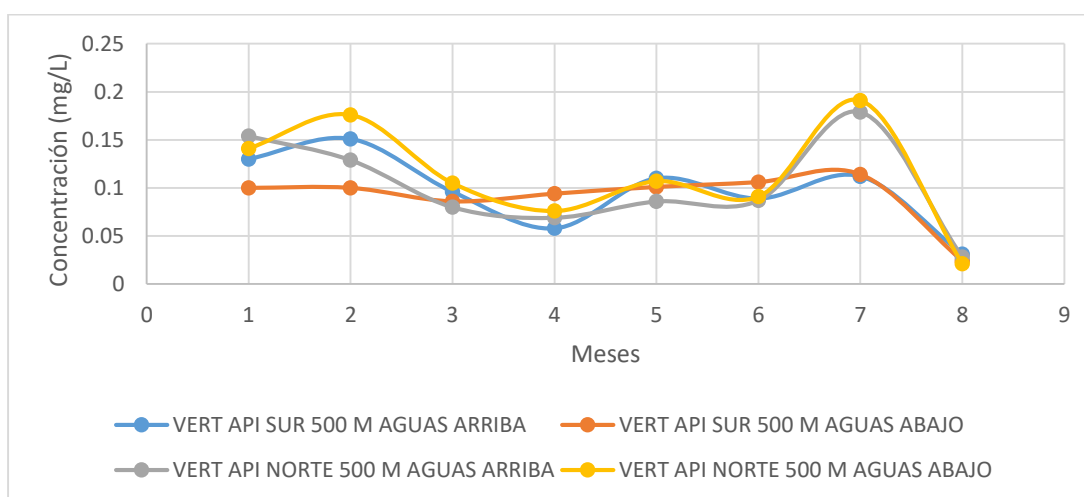


Figura N° 05: Tendencia mensual de la concentración de fosfatos en las estaciones de agua de mar

2. Determinación de Nitratos

Tabla N° 8: Resultado mensual de nitrato en mg/L por estación de muestreo

| | ENERO | FEBRERO | MAYO | JUNIO | JULIO | AGOSTO | SETIEMBRE | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-----------------------------------|-------|---------|-------|-------|-------|--------|-----------|---------|-----------|-----------|
| VERT API SUR 500 M AGUAS ARRIBA | 0.334 | 0.297 | 0.215 | 0.375 | 0.392 | 0.245 | 0.291 | 0.068 | 1.39 | 0.53 |
| VERT API SUR 500 M AGUAS ABAJO | 0.22 | 0.445 | 0.304 | 0.205 | 0.3 | 0.221 | 0.314 | 0.054 | 1.46 | 0.123 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ARRIBA | 0.266 | 0.356 | 0.251 | 0.321 | 0.324 | 0.305 | 0.234 | 0.052 | 1.5 | 0.767 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ABAJO | 0.303 | 0.363 | 0.264 | 0.269 | 0.347 | 0.223 | 0.307 | 0.066 | 1.42 | 0.62 |

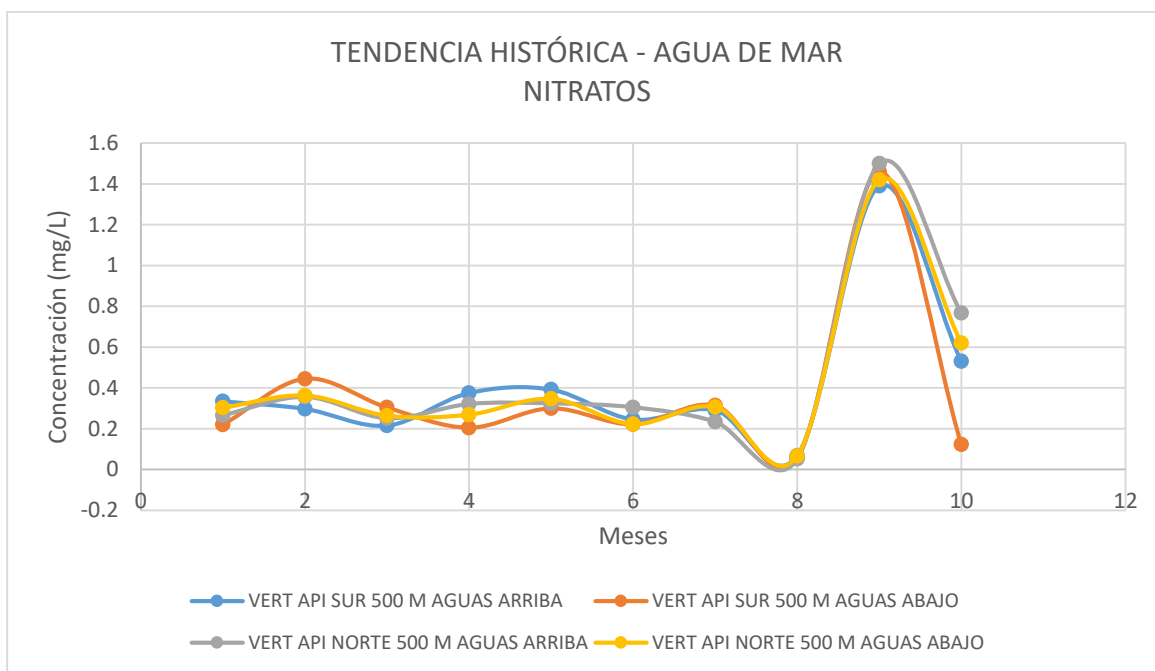


Figura N° 06: Tendencia mensual de la concentración de Nitratos en las estaciones de agua de mar

3. Determinación de Nitrógeno Amoniacal

Tabla N° 9: Resultado mensual de nitrógeno amoniacal en mg/L por estación de muestreo

| | ENERO | FEBRERO | MARZO | MAYO | JUNIO | JULIO | AGOSTO | SETIEMBRE | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-----------------------------------|-------|---------|-------|-------|-------|-------|--------|-----------|---------|-----------|-----------|
| VERT API SUR 500 M AGUAS ARRIBA | 0.025 | 0.982 | 0.022 | 0.029 | <0.02 | 0.028 | <0.02 | 0.089 | 0.032 | <0.02 | 0.02 |
| VERT API SUR 500 M AGUAS ABAJO | <0.02 | 0.927 | 0.052 | 0.02 | <0.02 | 0.025 | <0.02 | 0.052 | 0.026 | <0.02 | 0.02 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ARRIBA | <0.02 | 0.832 | 0.03 | 0.228 | <0.02 | 0.024 | 0.04 | 0.042 | 0.033 | <0.02 | <0.02 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ABAJO | 0.028 | 0.959 | 0.053 | 0.023 | <0.02 | <0.02 | <0.02 | 0.061 | 0.028 | <0.02 | <0.02 |
| VERTIMIENTO SUR | 4.48 | 3.02 | 4.12 | 2.78 | 4.13 | 7.97 | 2.59 | 2.09 | 6.83 | 0.477 | 2.62 |
| VERTIMIENTO LIMPIO | 0.034 | 0.077 | 0.029 | 0.027 | 0.073 | 0.501 | 0.06 | 0.209 | 0.915 | 0.357 | 0.12 |
| VERTIMIENTO QUIMICO | 0.078 | 0.13 | 0.075 | 0.031 | 0.054 | 0.582 | | | | | |
| VERTIMIENTO PLANTA BALASTRO | 0.164 | | | | 0.47 | 0.436 | 1.34 | | | | |

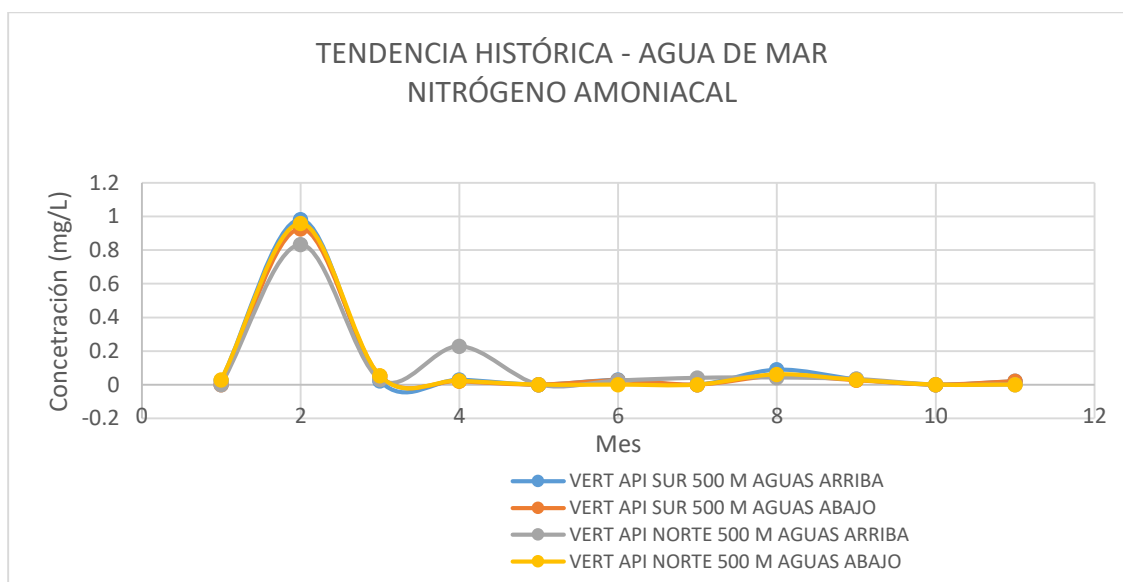


Figura N° 07: Tendencia mensual de la concentración de Nitrógeno Amoniacal en las estaciones de agua de mar

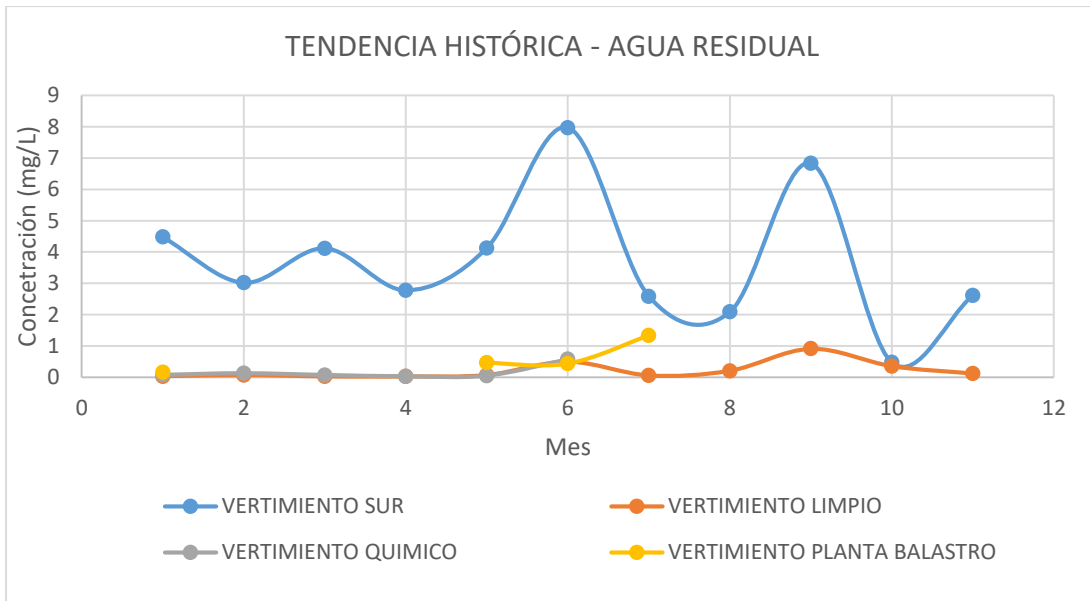


Figura N° 08: Tendencia mensual de la concentración de Nitrógeno Amoniacal en las estaciones de agua residual

4. Determinación de Cromo Hexavalente

Tabla N° 10: Resultado mensual de cromo hexavalente en mg/L por estación de muestreo

| | MAYO | JUNIO | JULIO | AGOSTO | SETIEMBRE | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-----------------------------------|-------|-------|-------|--------|-----------|---------|-----------|-----------|
| VERT API SUR 500 M AGUAS ARRIBA | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 |
| VERT API SUR 500 M AGUAS ABAJO | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ARRIBA | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ABAJO | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 |
| VERTIMIENTO SUR | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 |
| VERTIMIENTO LIMPIO | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | <0.01 |
| VERTIMIENTO QUIMICO | <0.01 | <0.01 | <0.01 | | | | | |
| VERTIMIENTO PLANTA BALASTRO | | <0.01 | <0.01 | <0.01 | | | | |

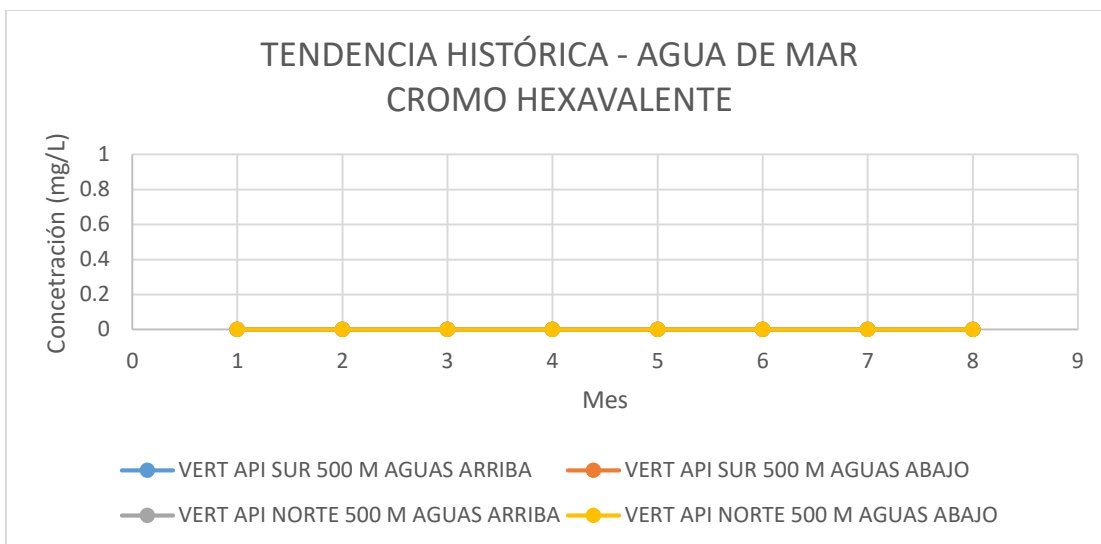


Figura N° 09: Tendencia mensual de la concentración de cromo hexavalente en las estaciones de agua de mar

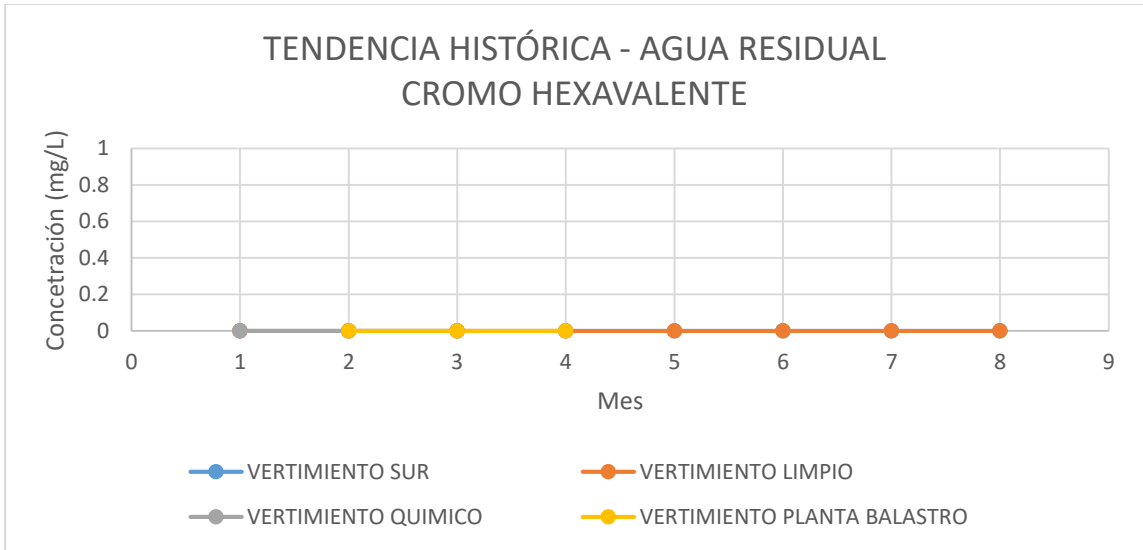


Figura N° 10: Tendencia mensual de la concentración de cromo hexavalente en las estaciones de agua residual.

5. Determinación de Aceites y Grasas

Tabla N° 11: Resultado mensual de aceites y grasas en mg/L por estación de muestreo

| | MARZO | ABRIL | MAYO | JUNIO | JULIO | AGOSTO | SETIEMBRE | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-----------------------------------|-------|-------|------|-------|-------|--------|-----------|---------|-----------|-----------|
| VERT API SUR 500 M AGUAS ARRIBA | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| VERT API SUR 500 M AGUAS ABAJO | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ARRIBA | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ABAJO | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| VERTIMIENTO SUR | 24.6 | 7.34 | 4.4 | | 7.06 | 4.43 | 8.34 | 5.24 | 5.21 | |
| VERTIMIENTO LIMPIO | 2.84 | 0.95 | 0.91 | | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 | |
| VERTIMIENTO QUIMICO | 3.04 | 0.97 | 0.75 | | <0.5 | | | | | |
| VERTIMIENTO PLANTA BALASTRO | | | | | 48.8 | 16.8 | | | | |

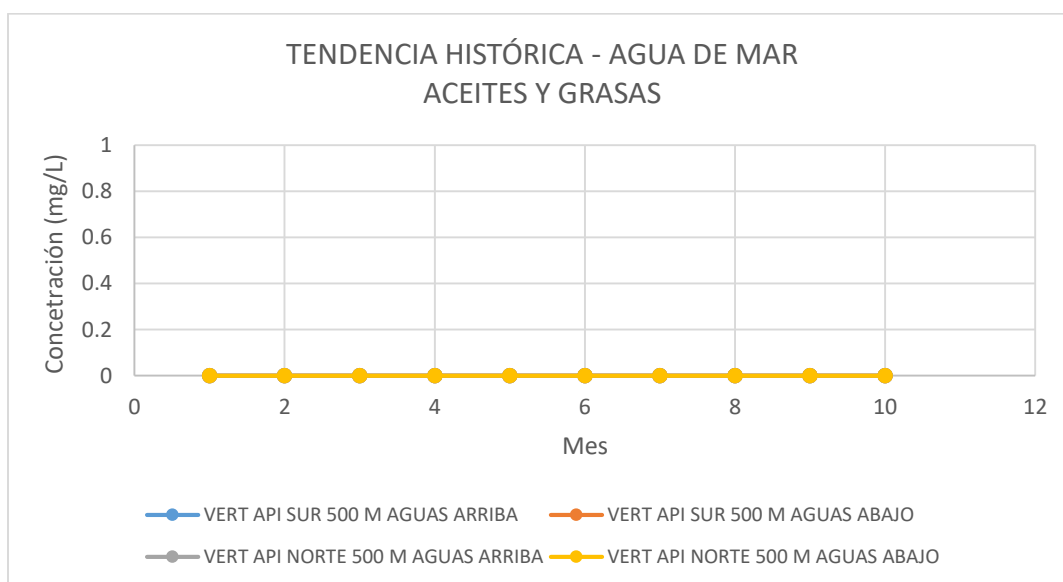


Figura N° 11: Tendencia mensual de la concentración de Aceites y Grasas en las estaciones de agua de mar

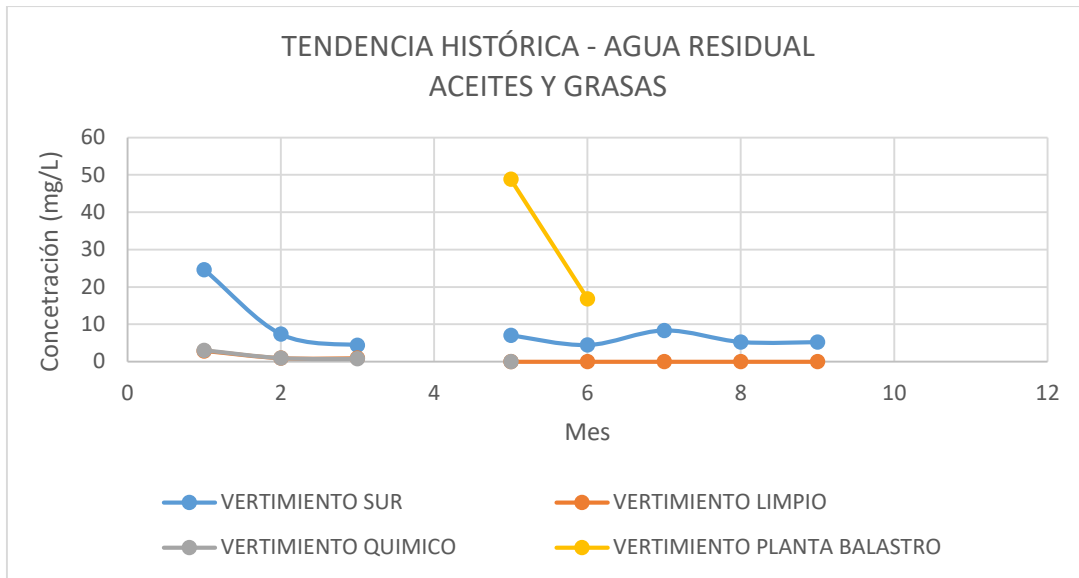


Figura N° 12: Tendencia mensual de la concentración de Aceites y Grasas en las estaciones de agua residual

6. Determinación de Fenoles

Tabla N° 12: Resultado mensual de fenoles en mg/L por estación de muestreo

| | MAYO | JUNIO | JULIO | AGOSTO | SETIEMBRE | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-----------------------------|--------|--------|--------|--------|-----------|---------|-----------|-----------|
| VERTIMIENTO SUR | 0.004 | 1.143 | 0.019 | 0.2189 | 0.0057 | 0.1429 | 0.0847 | 0.0728 |
| VERTIMIENTO LIMPIO | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.001 |
| VERTIMIENTO QUIMICO | <0.001 | <0.001 | <0.001 | | | | | |
| VERTIMIENTO PLANTA BALASTRO | | 3.472 | 3.02 | 0.5831 | | | | |

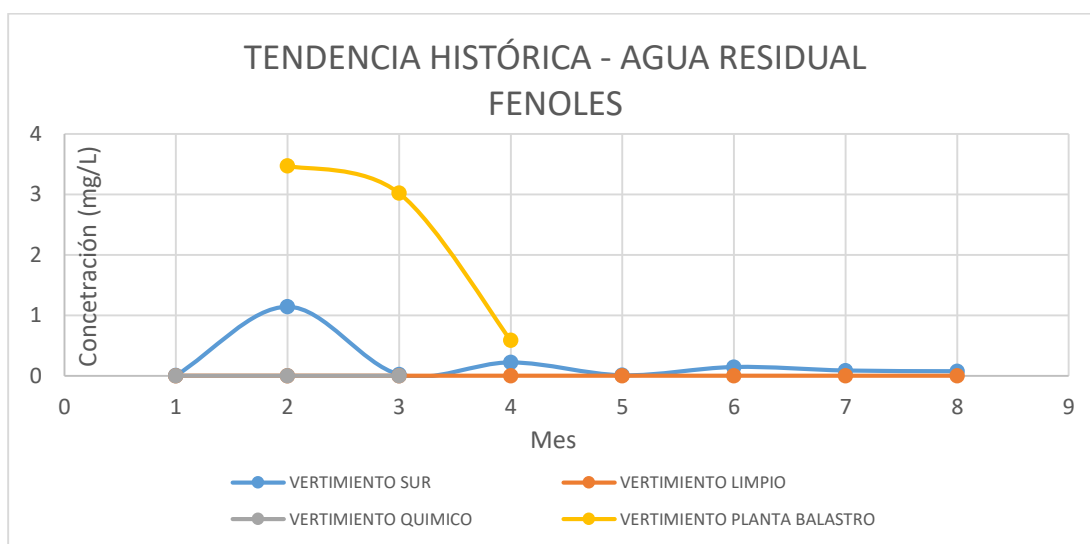


Figura N° 13: Tendencia mensual de la concentración de Fenoles en las estaciones de agua residual

7. Determinación de Fósforo Total

Tabla N° 13: Resultado mensual de fósforo total en mg/L por estación de muestreo

| | ENERO | FEBRERO | ABRIL | MAYO | JUNIO | JULIO | AGOSTO | SETIEMBRE | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-----------------------------|-------|---------|-------|-------|-------|-------|--------|-----------|---------|-----------|-----------|
| VERTIMIENTO SUR | 0.048 | 0.0387 | 0.042 | 0.027 | 1.468 | 1.25 | 1.352 | 0.861 | 0.093 | 1.02 | 0.082 |
| VERTIMIENTO LIMPIO | 0.033 | 0.0253 | 0.018 | 0.012 | 0.083 | 0.095 | 0.031 | 0.073 | 0.09 | 0.081 | 0.049 |
| VERTIMIENTO QUIMICO | 0.021 | 0.0341 | 0.023 | 0.095 | 0.045 | 0.09 | | | | | |
| VERTIMIENTO PLANTA BALASTRO | 0.029 | | | | 0.636 | 0.943 | 0.594 | | | | |

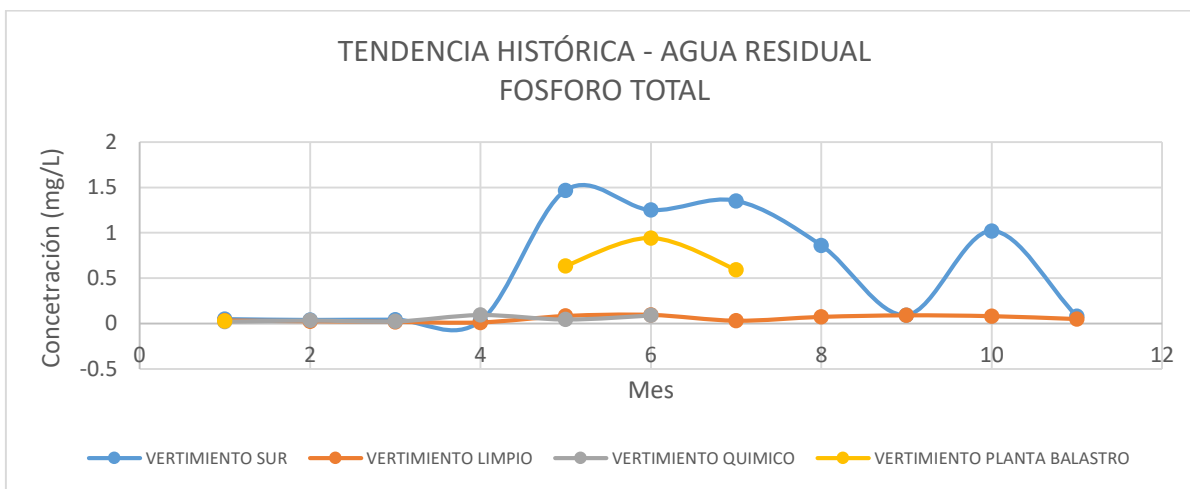


Figura N° 14: Tendencia mensual de la concentración de Fósforo Total en las estaciones de agua residual

8. Determinación de Sulfuros

Tabla N° 14: Resultado mensual de sulfuros en mg/L por estación de muestreo

| | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-------------------------|---------|-----------|-----------|
| VERTIMIENTO SEPARADORES | 9.25 | 0.625 | 4.95 |
| VERTIMIENTO LIMPIO | 0.0109 | 0.0082 | 0.0295 |

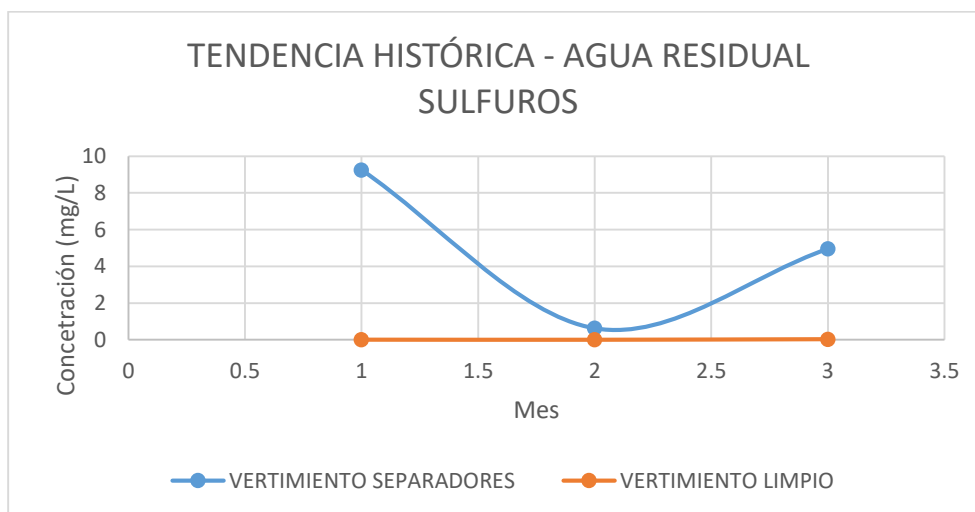


Figura N° 15: Tendencia mensual de la concentración de Sulfuros en las estaciones de agua residual

9. Determinación de Demanda Química de Oxígeno

Tabla N° 15: Resultado mensual de DQO en mg/L por estación de muestreo

| | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-------------------------|---------|-----------|-----------|
| VERTIMIENTO SEPARADORES | 46.6 | 86.6 | 77.5 |
| VERTIMIENTO LIMPIO | <10.0 | <10.0 | <10.0 |

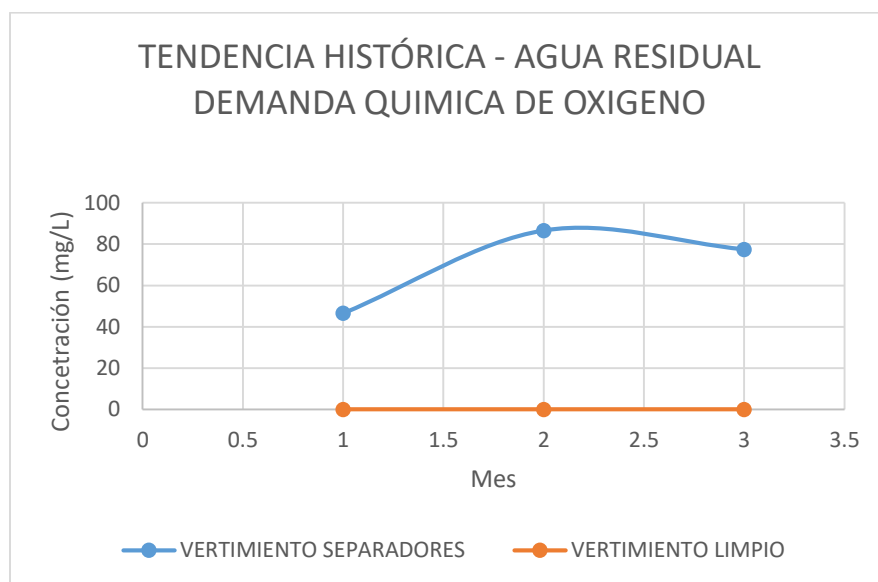


Figura N° 16: Tendencia mensual de la concentración de DQO en las estaciones de agua residual

10. Determinación de Demanda Bioquímica de Oxígeno

Tabla N° 16: Resultado mensual de DBO en mg/L por estación de muestreo

| | ENERO | FEBRERO | MARZO | ABRIL | MAYO | JUNIO | JULIO | AGOSTO | SETIEMBRE | OCTUBRE | NOVIEMBRE | DICIEMBRE |
|-----------------------------------|-------|---------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|-----------|---------|-----------|-----------|
| VERT API SUR 500 M AGUAS ARRIBA | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 |
| VERT API SUR 500 M AGUAS ABAJO | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ARRIBA | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 |
| VERT API NORTE 500 M AGUAS ABAJO | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 | <2.00 |
| VERTIMIENTO SUR | | | | 10.2 | 16.2 | 22.8 | 15.9 | 52 | 30 | 24 | 50 | 15 |
| VERTIMIENTO LIMPIO | | | | <2.0 | <2.0 | <2.0 | <2.0 | <2.0 | <2.0 | <2.0 | <2.0 | <2.0 |
| VERTIMIENTO QUIMICO | | | | <2.0 | <2.0 | <2.0 | <2.0 | | | | | |
| VERTIMIENTO PLANTA BALASTRO | | | | | | 2200 | 2650 | 373.5 | | | | |

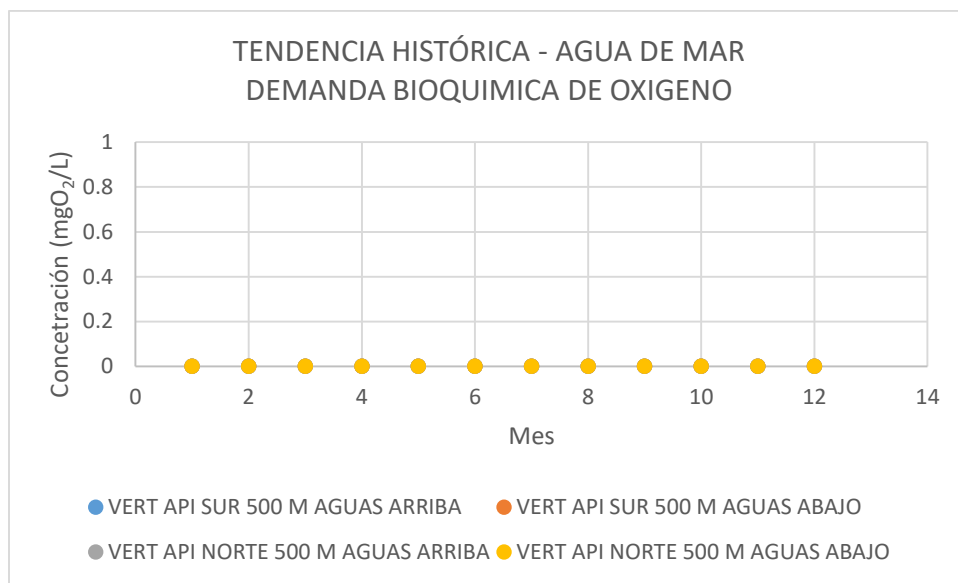


Figura N° 17: Tendencia mensual de la concentración de DBO en las estaciones de agua de mar

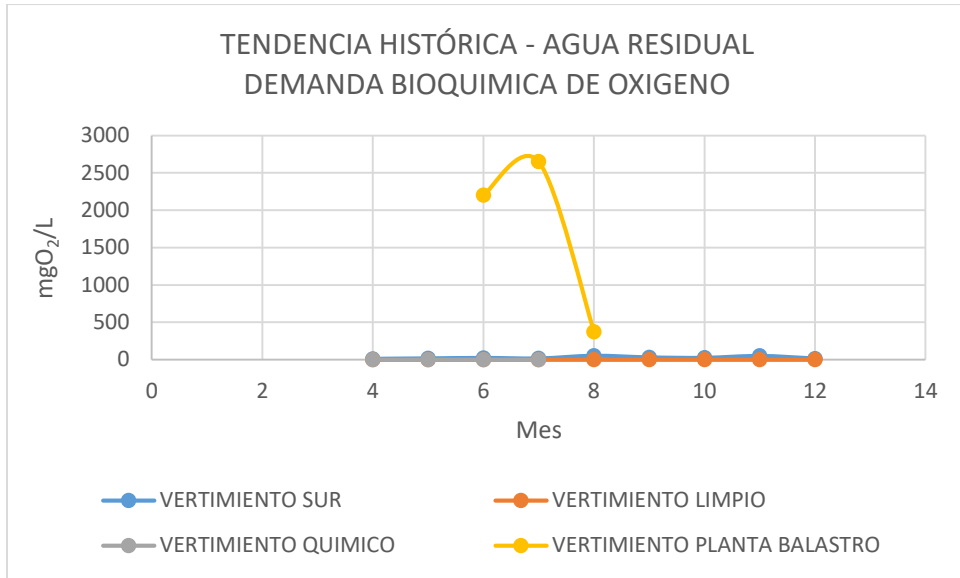


Figura N° 18: Tendencia mensual de la concentración de DBO en las estaciones de agua residual.

VII. Discusión de Resultados

- En el parámetro de Sulfuros realizado a la estación de muestreo Vertimiento Separadores, se observó la formación de un color azulado tenue diferente a la coloración característica del azul de metileno que se esperaba al final del tratamiento, probablemente por la presencia de interferentes reductores que impidieron la formación del color azul. El tratamiento con acetato de zinc para precipitar el sulfuro en forma de ZnS y remover el sobrenadante añadiendo posteriormente agua desionizada en igual proporción, eliminó los interferentes presentes en la muestra.
- En la estación de muestreo Vertimiento Limpio, durante el análisis de sulfuros, la permanencia de sólidos suspendidos de la muestra una vez obtenido la coloración azulada al final del tratamiento impidió su lectura en el espectrofotómetro, por lo que se trató previamente la muestra con cloruro de aluminio para la formación de un floculado, el cual una vez sedimentado, permitió el análisis del sobrenadante.
- En el parámetro de Sulfuros, se evidenció que el resultado del punto Vertimiento Separadores correspondiente al mes de octubre (9.5 mg/L) supera al valor establecido por los LMP el cual es de 0.5 mg/L para efluentes líquidos de actividades del subsector hidrocarburos, anomalía que se regula en los meses de noviembre y diciembre.
- La estación de muestreo Planta Balastro, en cada monitoreo, presentó una coloración ligeramente marrón luego de ser filtrada antes del análisis, por lo que se procedió a realizar un blanco de muestra, el cual recibió el mismo tratamiento de la muestra con excepción del paso donde se agrega la difenilcarbazida. De esta manera se corrigió lo

absorbido por el color natural de la muestra mediante una sustracción entre la absorbancia de la muestra y del blanco muestra.

- Tanto la estación Vertimiento sur y Vertimiento Planta Balastro presentaron la formación de un precipitado blanco al llevar a pH básico con hidróxido luego de haber sido digeridas, probablemente un precipitado de sales de fosfato, el cual se disolvió nuevamente bajo las condiciones ácidas de la prueba colorimétrica por lo que no interfirió con la lectura.
- La estación Vertimientos Separadores a pesar de ser un agua residual, presentó un elevadísimo contenido de cloruros, similares a la cantidad de sales que posee un agua de mar, razón por la cual durante el ensayo de DQO se observó la formación de un precipitado blanquecino inmediatamente después de agregar el reactivo catalizador de ácido sulfúrico con sulfato de plata. Este precipitado debe corresponder a una sal de cloruro de plata, el cual se forma debido a la cantidad insuficiente de sulfato de mercurio (HgSO_4) frente a una muestra con elevada cantidad de cloruros. Se trató la interferencia precipitando los cloruros al añadir sulfato de mercurio directamente a una parte de la muestra antes de añadir la solución de digestión ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).
- En el ensayo de Fenoles, la destilación es con el fin de purificar la muestra de interferentes, sin embargo, luego de la destilación de la muestra perteneciente al punto Vertimiento Planta Balastro, se obtuvo un destilado turbio por lo que se decidió repetir el procedimiento obteniéndose un destilado transparente. La coloración obtenida al final del tratamiento mostró una tonalidad verdosa intensa en vez de purpura rojiza característica del colorante de quinoneimina que se debe de formar, lo que indicaba una altísima concentración de fenoles el cual excedió largamente la

concentración más alta de la curva de calibración, por lo que se tuvo que diluir la muestra en un factor de 50 luego de la destilación para que su concentración se encuentre dentro de la curva.

- En las estaciones de muestreo Vertimiento Sur y Vertimiento Planta Balastro, en el parámetro de Fenoles se evidenció un incremento en los resultados obtenidos de los puntos en los meses de junio, Julio y agosto (con concentraciones de 1.143, 0.019, 0.2189 mg/L para Vertimiento sur y 3.472, 3.02 y 0.5831 mg/L para Vertimiento planta Balastro) en relación a los demás meses, sobrepasando incluso por momentos el valor establecido por los LMP para efluentes líquidos de actividades del subsector hidrocarburos el cual es de 0.5 mg fenol/L. Existió un mal criterio en la interpretación de datos debido a que, luego de evidenciar resultados que sobrepasaron los LMP en los meses indicados, no se tomó la decisión de monitorear este parámetro en el agua de mar, el cual pudo haber sido impactado negativamente afectando su ecosistema y además se decidió no continuar con el monitoreo mensual para la estación Vertimiento Planta Balastro.
- El fenol fue el parámetro más contaminante en los efluentes analizados, situación que se puede explicar debido a que es un hidrocarburo aromático presente en los extractos crudos obtenidos por la empresa en mención.
- En el parámetro de Aceites y grasas, en el punto Vertimiento Planta Balastro el monitoreo inicia en el mes de julio, donde se obtuvo un resultado de 9.25 mg/L que excedió al LMP el cual es de 20 mg/L para este parámetro, esta anomalía se regula en el mes siguiente, situación por la cual probablemente influencio en la decisión de continuar con el monitoreo de este parámetro en los meses siguientes.

- En las muestras analizadas, los parámetros de fosfatos, nitratos, nitrógeno amoniacal y DBO mostraron valores por debajo de los rangos establecidos por los ECA para ecosistemas marinos y los LMP para efluentes líquidos de actividades del subsector hidrocarburos.
- La estación de muestreo vertimiento Planta Balastro fue la más contaminante y sin embargo fue la menos monitoreada en relación a las demás estaciones.
- Las descargas de los efluentes de la empresa extractora no alteró los niveles normales de nutrientes presentes en el cuerpo de agua de mar, puesto que el estudio mostró resultados de nitratos, fosfatos y nitrógeno amoniacal muy por debajo de lo indicado por los ECA.

XI. Conclusiones

- Los resultados de los parámetros fisicoquímicos analizados no reportaron valores por encima de los rangos establecidos por los ECA para ecosistemas marinos.
- Los parámetros de sulfuro, fenoles y aceites y grasas reportaron valores por encima de los LMP para el sector hidrocarburo en los meses de junio, julio, agosto, y octubre.
- A pesar que algunos resultados de los vertimientos excedieron los LMP, no se evidenció que estos hayan afectado negativamente sobre los resultados obtenidos del agua de mar en relación a los valores establecidos por los Estándares de Calidad Ambiental para ecosistemas marinos, por lo que se concluye que esta empresa extractora de hidrocarburos no impacta negativamente sobre el agua de mar que la rodea.

IX. RECOMENDACIONES

- Tener muy en claro el principio de cada parámetro con el propósito de tener un mayor criterio al momento de enfrentar las diversas situaciones o inconvenientes (sean propios del método o de la matriz) que se puedan presentar durante el análisis de cada analito.
- Realizar los parámetros considerados en los estudios de evaluación ambiental a la mayor brevedad con la finalidad de obtener resultados más representativos.
- Aplicar un programa de monitoreo anual en las zonas de afectación por empresas extractoras de hidrocarburos de tal manera que se pueda observar el comportamiento de los parámetros estudiados a través de los años.
- Se recomienda a la empresa privada estimar la eficiencia y optimizar sus procesos de tratamiento para los efluentes vertidos sobre el agua de mar, con la finalidad de evitar incumplir con los LMP en alguna parte del año.

IX. GLOSARIO

- Categoría ECA: Categoría de Estándar de calidad Ambiental para Agua asignado por la Autoridad Nacional del Agua al cuerpo de agua respecto a su calidad. Para aquellos cuerpos de agua que no se les haya asignado categoría de acuerdo a su calidad, se considerará transitoriamente la categoría del recurso hídrico al que tributan.
- Cuerpos de agua natural marino - costero: cuerpos de agua que se encuentran en mares y océanos.
- Monitoreo de la calidad del agua: Proceso que permite obtener como resultado la medición de la calidad del agua con el objeto de realizar el seguimiento sobre la exposición de contaminantes a los usos de agua y el control de las fuentes de contaminación.
- Muestra de agua: Parte representativa del material a estudiar (para este caso agua natural superficial) en la cual se analizarán los parámetros de interés.
- Muestra compuesta: Mezcla de varias muestras puntuales de una misma fuente, tomadas a intervalos programados y por periodos determinados, los cuales pueden tener volúmenes iguales a ser proporcionados al caudal durante el período de la toma de muestras.
- Matriz de aseguramiento de la calidad: Es el esquema que registra el mecanismo que emplea el laboratorio para asegurar sus resultados, se indican autorizaciones, controles, frecuencia, criterios de aceptación y rechazo, etc.; para cada ensayo en particular y clasificados por secciones.

- Carta Control: Es el gráfico que representa los valores de una muestra de control introducida en el análisis de rutina con una frecuencia preestablecida para evidenciar deficiencias en el proceso analítico de medida e imponer las acciones correctivas pertinentes tan pronto como sea posible.
- Blanco de reactivos: Conocido también como blanco de laboratorio o blanco del método, consiste en agua de reactivo y todos los reactivos (incluyendo preservantes) que normalmente se encuentran en contacto con una muestra durante el procedimiento analítico completo, es un agua de reactivo sin concentración detectable del compuesto o elemento que se analiza en el nivel de detección del método analítico. Debe estar libre de sustancias que interfieren con el método de análisis y es usado también para establecer los límites de detección y cuantificación.
- Blancos fortificados LFB: Muestra de agua de reactivos, a la que se le ha adicionado una concentración conocida del analito que se desea determinar. Esta debe ser aproximadamente de una concentración igual al punto medio de la curva u otro nivel que especifique el método y tratada exactamente como una muestra incluyendo exposición a todo equipo, cristalería y reactivos.
- Análisis (o ensayo) por duplicado: Determinaciones pareadas sobre la misma muestra desarrollada en condiciones de repetibilidad. El análisis por duplicado es útil para evaluar la precisión del método.
- Estándar interno (IS): Analito(s) puro(s) añadido a una muestra, extracto o solución estándar en cantidad conocida justo antes del análisis de la muestra y se utiliza para medir las respuestas relativas de analitos del método que son componentes de la

misma muestra o solución. El estándar interno debe ser un analito que no sea un componente de muestra.

- **Matriz fortificada.** Conocida como adición de matriz. Muestra a la que se le ha adicionado una concentración conocida del analito que se desea determinar. La concentración adicionada es aproximadamente igual a la concentración del punto medio de la curva, los resultados se evalúan en términos de recuperación.
- **Patrón de trabajo:** Sustancia en la cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y están bien definidos para permitir utilizarlos en la calibración de un instrumento, la evaluación de un método de medición o la asignación de valores a los materiales.
- **Analito surrogate:** Un analito puro que es muy poco probable de encontrarse en cualquier muestra y se agrega a una alícuota de muestra en cantidad conocida antes de la extracción y se mide con los mismos procedimientos usados para medir otros componentes de muestra. El propósito de un analito surrogate es monitorear el desempeño del método con cada muestra.
- **Material de Referencia:** Sustancia o material cuyas propiedades, o al menos una de ellas, son suficientemente estables para ser usados en la calibración de aparatos, evaluación de métodos de medición o para caracterizar otros materiales.

- Material de Referencia Certificado: Material de referencia, en el que una o más de sus propiedades han sido evaluadas por un procedimiento técnicamente validado y que se acompaña por un certificado emitido por un organismo técnicamente competente.
- Control de duplicados o paralelos: Es el control de calidad analítico. Los ensayos en duplicado permiten comprobar que los resultados se encuentran dentro de los criterios establecidos por el laboratorio.

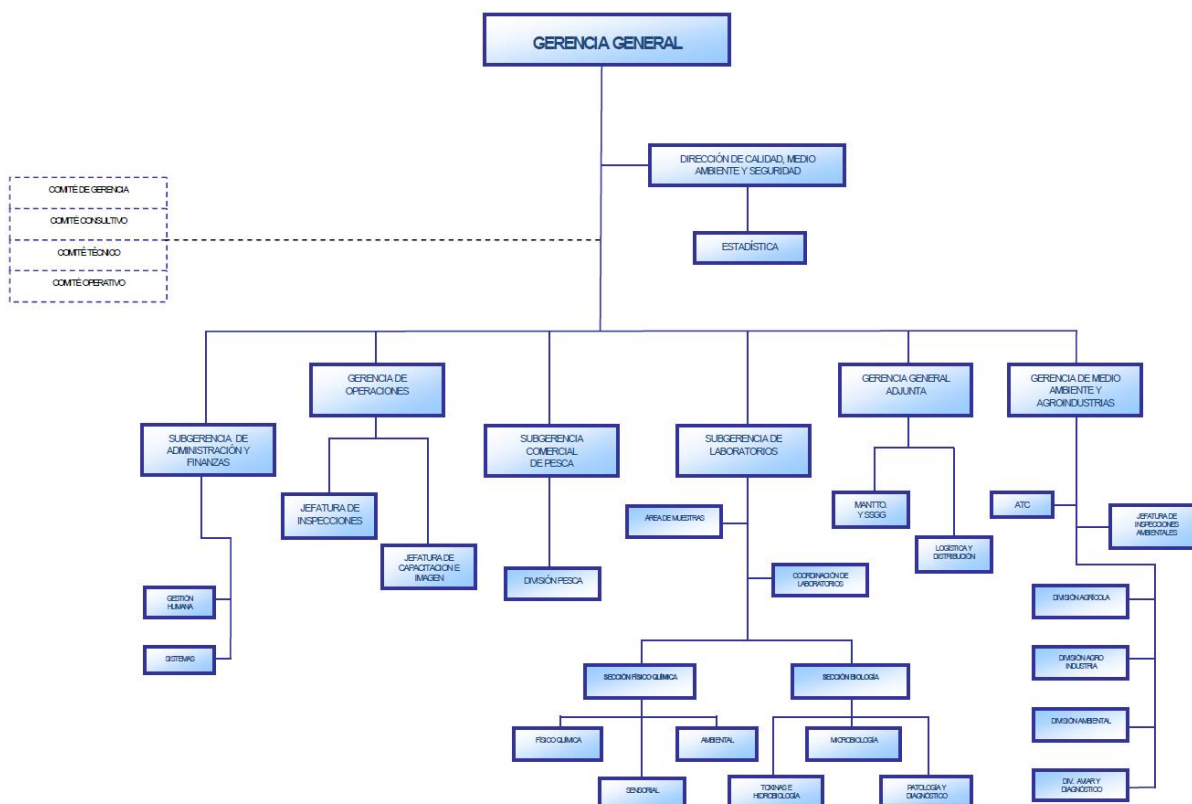
XI. Referencias Bibliográficas

- 015-2015-MINAM, D. S. (19 de diciembre de 2015). Estándares de calidad ambiental (ECA) para el agua. *El Peruano*.
- 037-2008-PCM, D. S. (14 de Mayo de 2008). Límites máximos permisibles de efluentes líquidos para el subsector hidrocarburos. *El Peruano*.
- Alexander, D., Fairbridge, R. (1999). *Encyclopedia of environmental science*.
- BP Global. (2008). *Reports and publications: oil reserves*.
- Daily, G. (1997). *Nature's Services: Societal dependence on natural ecosystems*. Washington.
- IBISWorld. (2008). *US oil drilling industry market research report*.
- Loeb, S. (1994). *Biological monitoring of aquatic systems*. Florida: CRC Press.
- Nagul, E., Mckelvie, I., Worsfold, P. & Kolev, S. (2015). The molybdenum blue reaction for the determination of orthophosphate revisited: Opening the black box. *Elsevier*.
- United States Environmental Protection Agency. (2006). *Marine Ecosystems*.

XII. ANEXOS

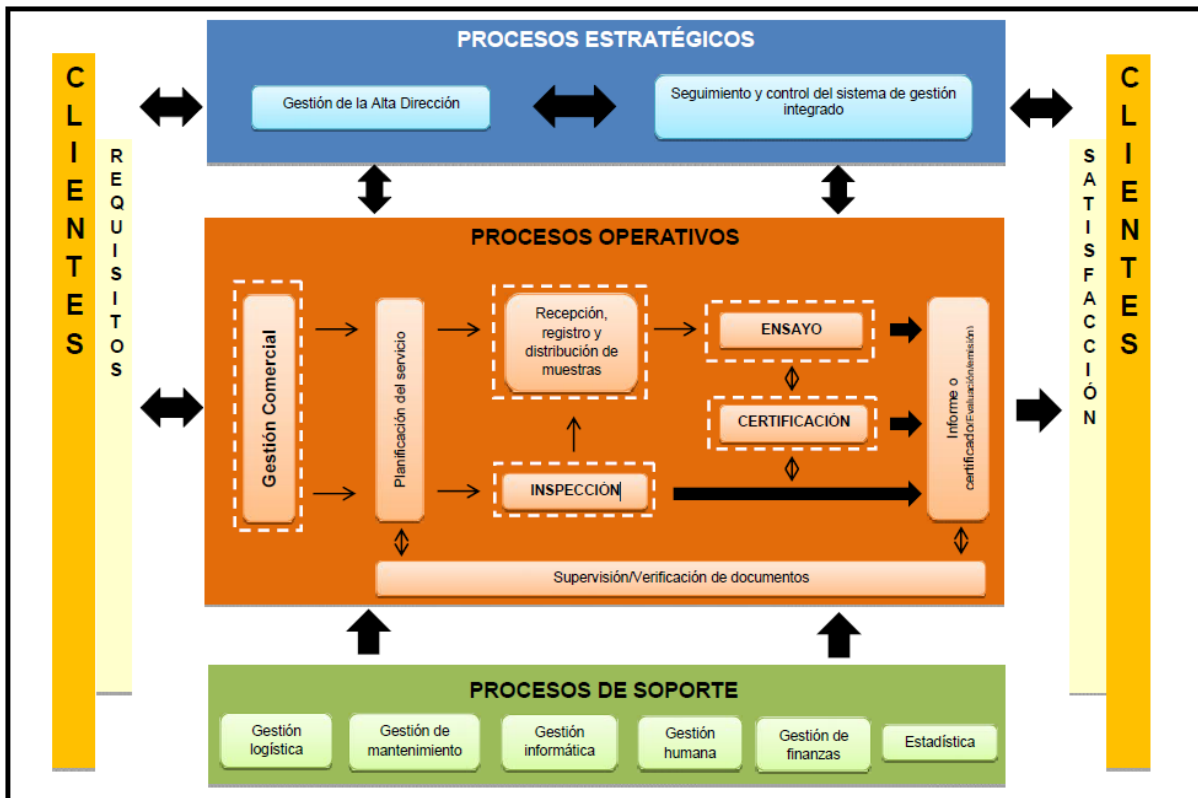
1. Organigrama ISO 17025

Figura N° 19: Organigrama de Sistema de Calidad y Competencia Técnica de CERPER basado en ISO 17025:2005



2. Mapa de Procesos

Figura N° 20: Mapa de Procesos de CERPER



3. Reportes de ensayo de los parámetros analizados

3.1 Determinación de Fosfatos

| LABORATORIO AMBIENTAL | | | | Espectrofotométrico-2 | | | | | | | | Espectrofotometro UV-Visible Shimadzu 2781 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|--|--|-----------------------|--------------------------|-----------------------|--------------------------|--|---|-----------------------|----------------------|----------------|--------------------|--|-------------------|----------------------------|--|------------|-------------------------------------|--|---------------------|--------------------|--|---|---|---------|---|-----------|----------------|---|---------|--------------------------|--|----------------|--|-----------------------|--|--|---------------------------------|--|--|--|--|
| | | | | Fosfatos | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| OE | Producto | | | Precisión HORWITZ: | | | | Límite Detección | | <0.006 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 21247 | AGUA DE MAR | | | RSD, Exprim. | RSD _H Teórico | Verificación RSD _H ≥ RSD _L | | Límite Cuantificación | | <0.030 | mg PO4/L | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 13/10/2016 | Fecha de Término | 13/10/2016 | 5.594 | 26.930 | Conforme | | %RPD | | 7.911 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Nº | Código de Muestra | Vol. Muestra (ml) | Factor de Dilución | | | Abs | Conc. mg PO4-P/L | Conc. mg PO4-P/L | Conc x Fd mg PO4-P/L | Conc. mg PO4/L | Resultado mg PO4/L | ± U | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | Alicuota | Aforo | Fd | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1 | 29275-01 API SUR Y CPI (500 m AGUA ARRIBA) | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.0084 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.030 | 0.031 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | DUP-29275-01 API SUR Y CPI (500 m AGUA ARRIBA) | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.0089 | 0.011 | 0.011 | 0.011 | 0.033 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 | 229275-02 API SUR Y CPI (500 m AGUA ABAJO) | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.0072 | 0.008 | 0.008 | 0.008 | 0.024 | 0.024 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3 | 229275-03 API NORTE (500 m AGUA ARRIBA) | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.0079 | 0.009 | 0.009 | 0.009 | 0.028 | 0.028 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4 | 229275-04 API NORTE (500 m AGUA ABAJO) | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.0066 | 0.007 | 0.007 | 0.007 | 0.021 | 0.021 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 5 | 229275-05 FRENTE A CONDOMINIO | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.0069 | 0.007 | 0.007 | 0.007 | 0.023 | 0.023 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Controles: | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Blanco de Laboratorio | | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.0001 | -0.004 | -0.004 | -0.004 | -0.011 | <0.006 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Verificación de Calibración | 0.500 mg PO4-P/L | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.3005 | 0.485 | % Recuperación | | 97.0 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Blanco Fortificado | 0.200 mg PO4-P/L | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.1241 | 0.198 | % Recuperación | | 99.0 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Adición y duplicado de la adición | | | | | | | Conc. | Conc x Fd | Valor Obtenido | % Recup. | % RPD Duplicado | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Adición | 0.200 mg PO4-P/L | 50 | 1 | 1 | 1 | ##### | 0.210 | 0.210 | 0.202 | 100.9 | 1.96 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Duplicado de la Adición | 0.200 mg PO4-P/L | 50 | 1 | 1 | 1 | ##### | 0.206 | 0.206 | 0.198 | 98.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Curva de Calibración | | | | | | | <table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="5">Fosfatos</th> </tr> <tr> <th colspan="5">Ecuación de la Curva de Calibración</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>=</td> <td>0.61471</td> <td>X</td> <td>+ 0.00233</td> </tr> <tr> <td>r²</td> <td>=</td> <td>0.99992</td> <td colspan="2">Donde: Y = Abs, X = Conc</td> </tr> <tr> <th colspan="2">Estándar-Curva</th> <th colspan="3">Estándar-Verificación</th> </tr> <tr> <td colspan="2">KH₂PO₄</td> <td colspan="3"></td> </tr> </tbody> </table> | | | | | Fosfatos | | | | | Ecuación de la Curva de Calibración | | | | | Y | = | 0.61471 | X | + 0.00233 | r ² | = | 0.99992 | Donde: Y = Abs, X = Conc | | Estándar-Curva | | Estándar-Verificación | | | KH ₂ PO ₄ | | | | |
| Fosfatos | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Ecuación de la Curva de Calibración | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Y | = | 0.61471 | X | + 0.00233 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| r ² | = | 0.99992 | Donde: Y = Abs, X = Conc | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Estándar-Curva | | Estándar-Verificación | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| KH ₂ PO ₄ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <p>Observaciones: CONTROLES DE CALIDAD EN HS 15809 - EXMA 21247</p> <table border="1"> <tr> <td>Fosfatos mg PO4/L</td> <td colspan="2">= (mg PO4-P/L) x 3.06 x Fd</td> </tr> <tr> <td>λ = 880 nm</td> <td>celda = 1 cm</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Muestra Refrigerada</td> <td colspan="2">Muestra Preservada</td> </tr> </table> | | | | | | | | | | | | | Fosfatos mg PO4/L | = (mg PO4-P/L) x 3.06 x Fd | | λ = 880 nm | celda = 1 cm | | Muestra Refrigerada | Muestra Preservada | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Fosfatos mg PO4/L | = (mg PO4-P/L) x 3.06 x Fd | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| λ = 880 nm | celda = 1 cm | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Muestra Refrigerada | Muestra Preservada | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Analista | | | VºBº Supervisor | | | 19/10/2016 | | | Fecha de Entrega | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

3.2 Determinación de Nitratos

| | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------------|------------------|------------|-----------------------|--------------------------|--|-----------------------|--|--|
| LABORATORIO AMBIENTAL | | | | Espectrofotométrico-2 | | | | Espectrofotometro UV-Visible Shimadzu 2781 | |
| | | | | Nitratos: SM-NO3-E | | | | | |
| OE | Producto | | | Precisión HORWITZ: | | | Límite Detección | <0.044 | |
| 25962 | AGUA DE SALINA | | | RSD, Experim. | RSD _H Teórico | Verificación RSD _H ≥ RSD _T | Límite Cuantificación | <0.221 | |
| Fecha de Inicio | 13/12/2016 | Fecha de Término | 13/12/2016 | 0.160 | 17.602 | Conforme | %RPD | 0.227 | |

| Nº | Código de Muestra | mg NO ₂ -N/L | Vol. Muestra (mL) | Factor de Dilución | | | Abs | Conc. mg NO ₃ -N/L | Conc. Corregida x Fd mg NO ₃ -N/L | Conc. Corregida x Fd mg NO ₃ -N/L | Conc. mg NO ₃ /L | Resultado mg NO ₃ /L | ± U |
|----|---|-------------------------|-------------------|--------------------|-------|----|--------|-------------------------------|--|--|-----------------------------|---------------------------------|-----|
| | | | | Alicuota | Aforo | Fd | | | | | | | |
| 1 | 32932-01 VERTIMIENTO SEPARADORES API SUR Y CPI (D1) 500 M. AGUAS ARRIBA | 0.004 | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.0994 | 0.124 | 0.120 | 0.120 | 0.531 | 0.530 | |
| | DUP-32932-01 VERTIMIENTO SEPARADORES API SUR Y CPI (D1) 500 M. AGUAS ARRIBA | 0.004 | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.0992 | 0.124 | 0.120 | 0.120 | 0.530 | | |
| 2 | 32932-02 VERTIMIENTO SEPARADORES API SUR Y CPI (D1) 500 M. AGUAS ABAJO | 0.003 | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.0308 | 0.031 | 0.028 | 0.028 | 0.123 | 0.123 | |
| 3 | 32932-03 VERTIMIENTO API NORTE (D4) 500 METROS AGUAS ARRIBA | 0.005 | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.1394 | 0.178 | 0.173 | 0.173 | 0.767 | 0.767 | |
| 4 | 32932-04 VERTIMIENTO API NORTE (D4) 500 METROS AGUAS ABAJO | 0.003 | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.1134 | 0.143 | 0.140 | 0.140 | 0.620 | 0.620 | |

| Controles: | | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|--------|-------------------------|----|---|---|---|--------|--------|----------------|----------------|----------|-----------------|--|
| Blanco de Laboratorio | | | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.0009 | -0.010 | -0.010 | -0.010 | -0.044 | <0.044 | |
| Verificación de Calibración | 0.500 | mg NO ₃ -N/L | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.3772 | 0.501 | % Recuperación | | 100.2 | | |
| Blanco Fortificado | 0.200 | mg NO ₃ -N/L | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.1528 | 0.196 | % Recuperación | | 98.2 | | |
| Adición y duplicado de la adición | | | | | | | | Conc. | Conc x Fd | Valor Obtenido | % Recup. | % RPD Duplicado | |
| Adición | 0.2000 | mg NO ₃ -N/L | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.1751 | 0.227 | 0.227 | 0.199 | 99.5 | 2.95 | |
| Duplicado de la Adición | 0.2000 | mg NO ₃ -N/L | 25 | 1 | 1 | 1 | 0.1801 | 0.233 | 0.233 | 0.206 | 102.9 | | |

| Curva de Calibración <table border="1"> <thead> <tr> <th>Std</th> <th>Conc. mg NO₃-N/L</th> <th>Abs.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Std-1</td><td>0.0500</td><td>0.0473</td></tr> <tr><td>Std-2</td><td>0.1000</td><td>0.0836</td></tr> <tr><td>Std-3</td><td>0.2000</td><td>0.1512</td></tr> <tr><td>Std-4</td><td>0.5000</td><td>0.3757</td></tr> <tr><td>Std-5</td><td>1.0000</td><td>0.7455</td></tr> <tr><td>Std-6</td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> | | | Std | Conc. mg NO ₃ -N/L | Abs. | Std-1 | 0.0500 | 0.0473 | Std-2 | 0.1000 | 0.0836 | Std-3 | 0.2000 | 0.1512 | Std-4 | 0.5000 | 0.3757 | Std-5 | 1.0000 | 0.7455 | Std-6 | | | | Nitratos: SM-NO3-E Ecuación de la Curva de Calibración Y = 0.7364 X + 0.00819 r² = 0.99992 Donde: Y = Abs, X = Conc Estándar-Curva Estándar-Verificación KNO3 | | | |
|---|-------------------------------|--------|-----|-------------------------------|------|-------|--------|--------|-------|--------|--------|-------|--------|--------|-------|--------|--------|-------|--------|--------|-------|--|--|--|---|--|--|--|
| Std | Conc. mg NO ₃ -N/L | Abs. | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-1 | 0.0500 | 0.0473 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-2 | 0.1000 | 0.0836 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-3 | 0.2000 | 0.1512 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-4 | 0.5000 | 0.3757 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-5 | 1.0000 | 0.7455 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

Observaciones: CONTROLES DE CALIDAD EN HS 19315 EXMA 25962

| | | |
|---------------------|-----------------------|---|
| Nitratos | mg NO ₃ /L | = [(mg NO ₂ -N/L, Reducido) x Fd - (mg NO ₂ -N/L)] x 4.43 |
| λ = | 543 nm | celda = 1 cm |
| Muestra Refrigerada | | Muestra Preservada |

Analista

V⁰B⁰ Supervisor

13/12/2016
Fecha de Entrega

3.3 Determinación de Nitrógeno Amoniacal

| LABORATORIO AMBIENTAL | | | Ensayos Potenciométricos | | | | | | Potenciómetro | | | | |
|-----------------------|-----------------------------|-------|--------------------------|--------------------|------------|---|-------------------|--------------|-------------------------------------|----------------------|----------------------|--------------|---|
| | | | NITROGENO AMONIACAL | | | | | | 2787 Multiparametro VSTAR90 | | | | |
| OE | PRODUCTO | | Fecha de Inicio | | 2016-12-09 | | Precisión HORWITZ | | | % RPD Duplicados | | | |
| EXMA-25962 | AGUA DE MAR | | Fecha de Término | | 2016-12-09 | | RSD, Experim | RSD, Teórico | RSD _i ≥ RSD _e | | | | |
| Límite de Detección | mg/L | 0.020 | Límite de Cuantificación | | mg/L | | 0.100 | 0.874 | 28.034 | Conforme | 1.24 | | |
| Nº | Código de Muestra | | Vol. Muestra (mL) | Factor de Dilución | | | Voltaje X (mV) | Y= Log Conc | Conc mg NH3-N/L | Conc x Fd mg NH3-N/L | Resultado mg NH3-N/L | Incertid (U) | ± |
| | | | | Aforo | Fd | | | | | | | | |
| 1 | 32932-01 (D-1) AGUAS ARRIBA | | 100 | 1 | 1 | 1 | 137.3 | -1.621 | 0.024 | 0.02 | 0.02 | | |
| | DUP-32932-01 | | 100 | 1 | 1 | 1 | 137.0 | -1.616 | 0.024 | 0.02 | | | |
| 2 | | | | | | | | | | | | | |
| 3 | 32932-02 (D-1) AGUAS ABAJO | | 100 | 1 | 1 | 1 | 141.5 | -1.696 | 0.0201 | 0.020 | 0.02 | | |
| 4 | 32932-03 (D-4) AGUAS ARRIBA | | 100 | 1 | 1 | 1 | 145.8 | -1.773 | 0.0169 | 0.017 | < 0.02 | | |
| 5 | 32932-04 (D-4) AGUAS ABAJO | | 100 | 1 | 1 | 1 | 151.5 | -1.875 | 0.0133 | 0.01 | < 0.02 | | |
| 6 | | | | | | | | | | | | | |
| 7 | | | | | | | | | | | | | |
| 8 | | | | | | | | | | | | | |
| 9 | | | | | | | | | | | | | |
| 10 | | | | | | | | | | | | | |

| Controles: | | | | | | | | | | |
|---------------------------------|--|-----|-----|-----|-----|-------|---------|--------|--------|---------------------|
| Blanco Laboratorio | | 100 | 100 | 100 | 1 | 159.3 | -2.0147 | 0.010 | < 0.02 | |
| Verificación-Calibración (mg/L) | | 10 | 100 | 100 | 100 | 1 | -8.9 | 0.9961 | 9.911 | %Recuperación 99.11 |
| Blanco Fortificado (mg/L) | | 10 | 100 | 100 | 100 | 1 | -8.8 | 0.9943 | 9.870 | %Recuperación 98.70 |

| Adición y Duplicado de la Adición | | | | | | | | Conc x Fd | V. Obtenido mg/L | %Recup. | %RPD Adición |
|-----------------------------------|----|--------|-----|-----|-----|---|------|-----------|------------------|---------|--------------|
| Adición | 10 | (mg/L) | 100 | 100 | 100 | 1 | -8.0 | 0.9800 | 9.550 | 95.5 | 0.41 |
| Dupl. Adición | 10 | (mg/L) | 100 | 100 | 100 | 1 | -8.1 | 0.9818 | 9.589 | 95.65 | |

| NITROGENO AMONIACAL | | | |
|---------------------|--------------|---------------|--------|
| Std | Conc. (mg/L) | Y = Log -Conc | X (mV) |
| Std-1 | 0.1 | -1.0 | 100.7 |
| Std-2 | 1.0 | 0.0 | 50.0 |
| Std-3 | 10 | 1.0 | -9.2 |
| Std-4 | 100 | 2.0 | -66.1 |
| Std-5 | 1000 | 3.0 | -121.1 |
| Verificación Equipo | Slope NH3-N | -57.7 | |

Curva de calibración

$y = -0.0179x + 0.8368$
 $R^2 = 0.9995$

| NITROGENO AMONIACAL | | | |
|----------------------|------------------|--------|-------------------------|
| Ecuación: Y = mX + b | | | |
| Y = Log Conc | m = Pendiente | b | X = mV |
| m | -0.0179 | 0.8368 | R ² = 0.9995 |
| Estándar-Curva | Estándar-Control | | |
| NH4Cl - 1000mg/L | NH4-N 1000mg/L | | |

| | | | | |
|---------------------|--------|------------------------|--|---|
| NITROGENO AMONIACAL | mg/L = | Conc (mg NH3-N/L) x Fd | Muestra Preservada <input checked="" type="checkbox"/> | Muestra Refrigerada <input checked="" type="checkbox"/> |
|---------------------|--------|------------------------|--|---|

Observaciones

| | | |
|----------|-----------------|------------------|
| Analista | VºBº Supervisor | 2016-12-09 |
| | | Fecha de Entrega |

3.4 Determinación de Cromo VI

| LABORATORIO AMBIENTAL | | | Espectrofotométricos-1 | | | | | | | Espectrofotómetro UV-VIS | | |
|--|-------------------------------|------------------------------------|--------------------------|--------------------|------------|----|--|--|--|--------------------------|--------------------------|---------------|
| CROMO HEXAVALENTE | | | | | | | | | | 2781 | | |
| OE | Producto | | Fecha de Inicio | | 2016-12-11 | | Precisión HORWITZ | | | % RPD Duplicados | | |
| 25962 | AGUA SALINA | | Fecha de Término | | 2016-12-11 | | RSD, Experimental | RSD _H Teórico | Verificación RSD _H ≥ RSD _T | | | |
| Límite de Detección | | 0.010 mg/L | Límite de Cuantificación | | 0.050 mg/L | | ----- | ----- | ----- | ----- | | |
| Nº | Código de Muestra | | Vol. Muestra mL | Factor de Dilución | | | Abs | Cr (VI) | | | Resultado Cr (VI) (mg/L) | Incertid. ± U |
| | | | | Alicuota | Aforo | Fd | | Conc. (ug/100 mL) | Conc. (mg/L) | Conc x Fd (mg/L) | | |
| 1 | 32932-01 D-1 AGUAS ARRIBA | | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.0085 | 0.751 | 0.0075 | 0.0075 | < 0.01 | |
| | DUP-32932-01 D-1 AGUAS ARRIBA | | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.0046 | 0.276 | 0.0028 | 0.0028 | | |
| 2 | 32935-02 D-1 AGUAS ABAJO | | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.0090 | 0.811 | 0.0081 | 0.0081 | < 0.01 | |
| 3 | 32935-03 D-4 AGUAS ARRIBA | | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.0072 | 0.592 | 0.0059 | 0.0059 | < 0.01 | |
| 4 | 32935-04 D-4 AGUAS ABAJO | | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.0063 | 0.483 | 0.0048 | 0.0048 | < 0.01 | |
| Controles: | | | | | | | | | | | | |
| Blanco de Laboratorio | | | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.0009 | -0.174 | < 0.01 | | | |
| Verificación-Calibración | | 25.00 (ug/100 mL) | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.1998 | 24.0231 | % Recuperación | 96.1 | | |
| Blanco Fortificado | | 25.00 (ug/100 mL) | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.2128 | 25.6046 | % Recuperación | 102.4 | | |
| Adición y Duplicado de la Adición: | | | | | | | | | V. Obtenido (ug/100 mL) | %Recup. | %RPD Adición | |
| Aplica <input checked="" type="checkbox"/> | | No aplica <input type="checkbox"/> | | | | | | | | | | |
| Adición | | 25.00 (ug/100 mL) | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.2007 | 24.133 | 24.13 | 96.5 | | |
| Dupli. Adición | | 25.00 (ug/100 mL) | 100 | 1 | 1 | 1 | 0.2155 | 25.933 | 25.93 | 103.7 | 7.19 | |
| Curva de Calibración | | | | | | | | | CROMO HEXAVALENTE | | | |
| Std | Conc. (ug/100 mL) | Abs. | | | | | | | Ecuación de la Curva de Calibración | | | |
| Std-1 | 5.000 | 0.0432 | | | | | | | Y = 0.00822 X + 0.00233, R² = 0.99999 | | | |
| Std-2 | 10.000 | 0.0844 | | | | | | | Estándar-Curva | | | |
| Std-3 | 25.000 | 0.2086 | | | | | | | Estándar-Verificación | | | |
| Std-4 | 50.000 | 0.4132 | | | | | | | | | | |
| Std-5 | | | | | | | | | | | | |
| Std-6 | | | | | | | | | | | | |
| CONTROLES DE CALIDAD EN HS 16019315 / EXMA 25962 | | | | | | | CROMO HEXAVALENTE | | = Cr(VI) (mg/L) x Fd | | | |
| | | | | | | | λ = 530 nm | celda 1 cm | | | | |
| | | | | | | | Muestra Refrigerada <input type="checkbox"/> | Muestra Preservada <input checked="" type="checkbox"/> | | | | |
| Analista | | | Vº Bº Supervisor | | | | 12/12/2016 | | Fecha de Entrega | | | |

3.5 Determinación de Aceites y Grasas

| LABORATORIO AMBIENTAL | | ACEITES y GRASAS | | | | | Equipo: | Código: | Volumen | ACEITES y GRASAS | 40 |
|--------------------------|--------------------------------------|--|-----------------|--|------------------------|-------------------------------------|------------------|----------------------|-----------------|---|--------|
| | | | | | | | Balanza | 2219 | 20 | | |
| | | | | | | | Estufa | 2565 | 20 | | |
| | | | | | | | Baño de agua | 1261 | 2219 | Estufa | |
| | | | | | | | | | 1261 | | |
| OE | Producto | Fecha de Inicio | Fecha de Termin | Adición (mg/L) | Valor Exp. | % Recup. | | | 2220 | 2564 | |
| EXMA-24097 | AGUA RESIDUAL | 2016-12-02 | 2016-12-03 | Duplicado Adición (mg/L) | Valor Exp. | % Recup. | | | | 2565 | |
| LDM = 0.50 mg/L | LCM = 2.50 mg/L | Temp-Baño (°C) | 85 | Temp Estufa (°C) | 70 | LFB/ORP: Acido Estearico-Hexadecano | % RPD | 0.26 | | | |
| Nº | Codigo de Muestra | Cantidad de Muestra Volumen (mL) | Humedad % | Peso inicial W1 (g) | Peso Intermedio Wi (g) | Peso Final W2 (g) | Resultado mg/L | Resultado final mg/L | Incertid. (± U) | Condición: Peso constante [Wi (g)-W2 (g)] < 4%Wi (g) ó [Wi (g)-W2 (g)] < 0.0005 g | |
| 1 | 32363-01 VERTIMIENTO SEPARADOR (D-1) | 1000 | | 68.39394 | 68.39935 | 68.39918 | 5.24 | 5.2 | | 0.00017 | Cumple |
| 2 | 32363-02 VERTIMIENTO LIMPIO (D-2) | 1000 | | 72.64679 | 72.64721 | 72.64707 | 0.28 | <0.50 | | 0.00014 | Cumple |
| 3 | | | | | | | | | | | |
| 4 | | | | | | | | | | | |
| 5 | | | | | | | | | | | |
| 6 | | | | | | | | | | | |
| 7 | | | | | | | | | | | |
| 8 | | | | | | | | | | | |
| 9 | | | | | | | | | | | |
| 10 | | | | | | | | | | | |
| 11 | | | | | | | | | | | |
| 12 | | | | | | | | | | | |
| 13 | | | | | | | | | | | |
| 14 | | | | | | | | | | | |
| 15 | | | | | | | | | | | |
| 16 | | | | | | | | | | | |
| 17 | | | | | | | | | | | |
| 18 | | | | | | | | | | | |
| 19 | | | | | | | | | | | |
| 20 | | | | | | | | | | | |
| Control y Aseguramientos | | OE | Vol. (mL) | W1 (g) | Wi (g) | W2 (g) | Resultado (mg/L) | Condición | | | |
| Blanco del Método | | EXMA-24048,25658,25613,25815,19337,24097 | 1000 | 71.37118 | 71.37146 | 71.37135 | 0.17 | < 0.50 | Conforme | 0.00011 | Cumple |
| Muestra Adición | SE ADICIONÓ A M-05 | EXMA-24907 | 1000 | 66.43163 | 66.47739 | 66.47728 | 45.65 | % RPD | 0.00011 | Cumple | |
| Muestra Adición-Dupli | | | 1000 | 66.58487 | 66.63040 | 66.63030 | 45.43 | 0.48 | 0.00010 | Cumple | |
| LFB/ORP mg/L= | 40 | EXMA-24048,25658,25613,24835,25837,24097 | 1000 | 70.60157 | 70.64036 | 70.64025 | 38.68 | % Recup | 96.70 | 0.00011 | Cumple |
| LFB/ORP -Dup mg/L= | 40 | | 1000 | 72.07214 | 72.11081 | 72.11072 | 38.58 | | 96.45 | 0.00009 | Cumple |
| Observaciones | | | | Muestras líquidas | | | | | | | |
| Muestras Refrigeradas | | | | $(mg/L) = \frac{(W_2 - W_1)(g) \times 10^6}{Volumen\ de\ muestra(mL)}$ | | | | | | | |
| Muestras Preservadas | | | | $(g/100g) = \frac{(W_2 - W_1)(g) \times 100}{(100 - \%Humedad) \times (peso\ de\ muestra)(g)}$ | | | | | | | |
| Analista | | VºBº Supervisor | | 2016-12-03 | | | | | | | |
| | | | | Fecha de entrega | | | | | | | |

3.6 Determinación de Fenoles

| LABORATORIO AMBIENTAL | | | Espectrofotométricos-1 | | | | | Espectrofotómetro UV-VIS | | | | |
|--|--|--|--|------------|---------|-------------------|--------------------------|--|-----------------------|--------------------------|--------------------------|--|
| | | | FENOLES | | | | | 2781 | | | | |
| OE | Producto | | Fecha de Inicio | 2016-12-05 | | Precisión HORWITZ | | | % RPD Duplicados | | | |
| 24097 | AGUA RESIDUAL | | Fecha de Término | 2016-12-05 | | RSD, Experimental | RSD _H Teórico | Verificación RSD _H ≥ RSD _T | | | | |
| Límite de Detección | | 0.001 mg/L | Límite de Cuantificación | 0.005 mg/L | | 0.616 | | 23.200 | | Conforme | 0.87 | |
| Nº | Código de Muestra | Vol. Muestra mL | Factor de Dilución | | | Abs | Fenoles | | | Resultado Fenoles (mg/L) | Incertid. ± U | |
| | | | Alicuota | Aforo | Fd | | Conc. (ug/500 mL) | Conc. (mg/L) | Conc x Fd (mg/L) | | | |
| 1 | 32363-01 D-1 VERTIMIENTO SEPARADORES | 500 | 1 | 1 | 1 | 0.4612 | 42.1626 | 0.0843 | 0.0843 | 0.0847 | | |
| | DUP-32363-01 D-1 VERTIMIENTO SEPARADORES | 500 | 1 | 1 | 1 | 0.4651 | 42.5312 | 0.0851 | 0.0851 | | | |
| 2 | AD32363-02 D-2 VERTIMIENTO LIMPIO | 500 | 1 | 1 | 1 | 0.0099 | -0.4934 | -0.001 | -0.0010 | < 0.001 | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| Controles: | | | | | | | | | | | | |
| Blanco de Laboratorio | | 500 | 1 | 1 | 1 | 0.0019 | -1.250 | < 0.001 | | | | |
| Verificación-Calibración | 25.00 (ug/500 mL) | 500 | 1 | 1 | 1 | 0.2714 | 24.223 | % Recuperación | 96.9 | | | |
| Blanco Fortificado | 25.00 (ug/500 mL) | 500 | 1 | 1 | 1 | 0.2639 | 23.514 | % Recuperación | 94.1 | | | |
| Adición y Duplicado de la Adición: | | | | | | | V. Obtenido (ug/500 mL) | %Recup. | %RPD Adición | | | |
| Aplica <input checked="" type="checkbox"/> | No aplica <input type="checkbox"/> | | | | | | | | | | | |
| Adición | 25.00 (ug/500 mL) | 500 | 1 | 1 | 1 | 0.2723 | 24.308 | 24.31 | 97.2 | | | |
| Dupli. Adición | 25.00 (ug/500 mL) | 500 | 1 | 1 | 1 | 0.2693 | 24.025 | 24.02 | 96.1 | | | |
| Curva de Calibración | | | <p>Curva de Calibración</p> <p>$y = 0.01058x + 0.01512$ $R^2 = 0.99904$</p> | | | | | | | | | |
| Std | Conc. (ug/500 mL) | Abs. | | | | | | | | | | |
| Std-1 | 2.50 | 0.0351 | | | | | | | | | | |
| Std-2 | 10.00 | 0.1289 | | | | | | | | | | |
| Std-3 | 20.00 | 0.2244 | | | | | | | | | | |
| Std-4 | 40.00 | 0.4443 | | | | | | | | | | |
| Std-5 | 50.00 | 0.5391 | | | | | | | | | | |
| Std-6 | | | | | | | | | | | | |
| | | | FENOLES | | | | | | | | | |
| | | | Ecuación de la Curva de Calibración | | | | | | | | | |
| | | | Y = | | 0.01058 | X + | | 0.01512 | r ² = | | 0.99904 | |
| | | | Estándar-Curva | | | | Estándar-Verificación | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| CONTROLES DE CALIDAD EN HS 16017871 / EXMA 24097 | | | | | | | FENOLES | | = Fenoles (mg/L) x Fd | | | |
| | | | | | | | λ = | 460 nm | celda | 1 cm | | |
| | | | | | | | Muestra Refrigerada | <input type="checkbox"/> | | Muestra Preservada | <input type="checkbox"/> | |
| Analista | | V ^o B ^o Supervisor | | 6/12/2016 | | Fecha de Entrega | | | | | | |

3.7 Determinación de Fósforo Total n de Fósforo Total

| | | | | | | | | | |
|-----------------------|---------------|------------------|------------|---------------------------|--------------------------|--|-----------------------|--|--|
| LABORATORIO AMBIENTAL | | | | Espectrofotométrico-2 | | | | Espectrofotometro UV-Visible Shimadzu 2781 | |
| | | | | Fosforo | | | | | |
| OE | Producto | | | Precisión HORWITZ: | | | Limite Detección | <0.002 | |
| 21248 | AGUA RESIDUAL | | | RSD _i Experim. | RSD _i Teórico | Verificación RSD _i ≥ RSD _t | Limite Cuantificación | <0.010 | |
| Fecha de Inicio | 19/10/2016 | Fecha de Término | 19/10/2016 | 1.750 | 22.859 | Conforme | %RPD | 2.474 | |

| Nº | Código de Muestra | Vol. Muestra (mL) | Factor de Dilución | | | Abs | Conc. mg PO4-P/L | Conc. mg PO4-P/L | Conc x Fd mg PO4-P/L | Conc. mg PO4-P/L | Resultado mg PO4-P/L | ± U |
|----|--|-------------------|--------------------|-------|----|--------|------------------|------------------|----------------------|------------------|----------------------|-----|
| | | | Alicuota | Aforo | Fd | | | | | | | |
| 1 | 29247-01 VERTIMIENTO API SUR Y CPI (D-1) | 50 | 25 | 50 | 2 | 0.0332 | 0.047 | 0.047 | 0.095 | 0.095 | 0.093 | |
| | DUP-29247-01 VERTIMIENTO API SUR Y CPI (D-1) | 50 | 25 | 50 | 2 | 0.0325 | 0.046 | 0.046 | 0.092 | 0.092 | | |
| 2 | 29274-02 VERTIMIENTO LIMPIO (D-2) | 50 | 25 | 50 | 2 | 0.0318 | 0.045 | 0.045 | 0.090 | 0.090 | 0.090 | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |

| Controles: | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------------|--------|------------|----|---|---|---|--------|--------|----------------|----------------|----------|-----------------|
| Blanco de Laboratorio | | | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.0009 | -0.006 | -0.006 | -0.006 | -0.006 | <0.002 |
| Verificación de Calibración | 0.500 | mg PO4-P/L | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.3010 | 0.490 | % Recuperación | | 97.9 | |
| Blanco Fortificado | 0.200 | mg PO4-P/L | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.1217 | 0.193 | % Recuperación | | 96.7 | |
| Adición y duplicado de la adición | | | | | | | | Conc. | Conc x Fd | Valor Obtenido | % Recup. | % RPD Duplicado |
| Adición | 0.2000 | mg PO4-P/L | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.1565 | 0.2510 | 0.251 | 0.206 | 103.0 | 1.66 |
| Duplicado de la Adición | 0.2000 | mg PO4-P/L | 50 | 1 | 1 | 1 | 0.154 | 0.2469 | 0.247 | 0.202 | 100.9 | |

| Curva de Calibración <table border="1"> <thead> <tr> <th>Std</th> <th>Conc. mg PO4-P/L</th> <th>Abs.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>Std-1</td><td>0.1000</td><td>0.0646</td></tr> <tr><td>Std-2</td><td>0.2000</td><td>0.1271</td></tr> <tr><td>Std-3</td><td>0.5000</td><td>0.3058</td></tr> <tr><td>Std-4</td><td>1.0000</td><td>0.6104</td></tr> <tr><td>Std-5</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>Std-6</td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> | | | Std | Conc. mg PO4-P/L | Abs. | Std-1 | 0.1000 | 0.0646 | Std-2 | 0.2000 | 0.1271 | Std-3 | 0.5000 | 0.3058 | Std-4 | 1.0000 | 0.6104 | Std-5 | | | Std-6 | | | | Fosforo Ecuación de la Curva de Calibración $Y = 0.60536X + 0.00456$ $r^2 = 0.99997$ Donde: Y = Abs, X = Conc | | |
|--|------------------|--------|---------------------------------|-----------------------|------|-------|--------|--------|-------|--------|--------|-------|--------|--------|-------|--------|--------|-------|--|--|-------|--|--|--|---|--|--|
| Std | Conc. mg PO4-P/L | Abs. | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-1 | 0.1000 | 0.0646 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-2 | 0.2000 | 0.1271 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-3 | 0.5000 | 0.3058 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-4 | 1.0000 | 0.6104 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Std-6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | Estándar-Curva | Estándar-Verificación | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | KH ₂ PO ₄ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

| | | | |
|--|------------|---------------------|------|
| Observaciones: CONTROLES DE CALIDAD EN HS 15809 EXMA 21248 | | | |
| Fosforo de Fosfato | mg PO4-P/L | = (mg PO4-P/L) x Fd | |
| λ = | 880 nm | celda = | 1 cm |
| Muestra Refrigerada | | Muestra Preservada | |

Analista

V^oB^o Supervisor

19/10/2016
Fecha de Entrega

3.8 Determinación de Sulfuros

| LABORATORIO AMBIENTAL | | Espectrofotométricos-1 | | | | | | Espectrofotómetro UV-VIS | | | |
|---|---------------------------------|------------------------|---|-------|-------------|--|--|--|------------------|----------------------|---------------|
| | | SULFUROS | | | | | | 2781 | | | |
| OE | Producto | Fecha de Inicio | 2016-12-04 | | | Precisión HORWITZ | | | % RPD Duplicados | | |
| 24097 | AGUA RESIDUAL | Fecha de Término | 2016-12-04 | | | RSD, Experimental | RSD _H Teórico | Verificación RSD _H ≥ RSD _T | | | |
| Límite de Detección | | 0.001 mg/L | Límite de Cuantificación | | 0.0050 mg/L | | | | | | |
| Nº | Código de Muestra | Vol. Muestra ml | Factor de Dilución | | | Abs | S2- | | | Resultado S2- (mg/L) | Incertid. ± U |
| | | | Alícuota | Aforo | Fd | | Conc. (mg/L) | Conc. (mg/L) | Conc x Fd (mg/L) | | |
| 1 | 32363-02 D-2 VERTIMIENTO LIMPIO | 7.5 | 1 | 1 | 1 | 0.0385 | 0.0082 | 0.0082 | 0.0082 | 0.0082 | |
| Controles: | | | | | | | | | | | |
| Blanco de Laboratorio | | 7.5 | 1 | 1 | 1 | 0.0010 | -0.001 | < 0.001 | | | |
| Verificación-Calibración | | 0.05 | (mg/L) | 7.5 | 1 | 1 | 1 | 0.2076 | 0.0499 | % Recuperación | 99.8 |
| Blanco Fortificado | | 0.05 | (mg/L) | 7.5 | 1 | 1 | 1 | 0.2148 | 0.0517 | % Recuperación | 103.3 |
| Adición y Duplicado de la Adición: | | | | | | | | V. Obtenido (mg/L) | %Recup. | %RPD Adición | |
| Aplica <input checked="" type="checkbox"/> No aplica <input type="checkbox"/> | | | | 7.5 | 1 | 1 | 1 | 0.3852 | 0.094 | 0.05 | 103.2 |
| Adición | | 0.05 | (mg/L) | 7.5 | 1 | 1 | 1 | 0.3714 | 0.090 | 0.05 | 96.4 |
| Dupli. Adición | | 0.05 | (mg/L) | 7.5 | 1 | 1 | 1 | | | | 3.70 |
| Curva de Calibración | | | SULFUROS | | | | | | | | |
| Std | Conc. (mg/L) | Abs. | Ecuación de la Curva de Calibración | | | | | | | | |
| Std-1 | 0.005 | 0.0202 | Y = 4.06211 X + 0.00449 R ² = 0.9996 | | | | | | | | |
| Std-2 | 0.010 | 0.0435 | Estándar-Curva | | | | Estándar-Verificación | | | | |
| Std-3 | 0.050 | 0.2188 | | | | | | | | | |
| Std-4 | 0.100 | 0.4059 | | | | | | | | | |
| Std-5 | 0.200 | 0.8167 | | | | | | | | | |
| Std-6 | | | | | | | | | | | |
| CONTROLES DE CALIDAD EN HS 16018940 / EXMA 25523 | | | | | | SULFUROS | | = Sulfuros (mg/L) x Fd | | | |
| | | | | | | λ = 664 nm | celda 5 cm | | | | |
| | | | | | | Muestra Refrigerada <input type="checkbox"/> | Muestra Preservada <input checked="" type="checkbox"/> | | | | |
| Analista | | VºBº Supervisor | | | | 4/12/2016 | | Fecha de Entrega | | | |

3.9 Determinación de Demanda Química de Oxígeno

| LABORATORIO AMBIENTAL | | | DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO | | | | | | Equipo | Código | | | | |
|--|--------------------------------------|--------------------------|----------------------------|--|-------------------|----------------------------|-------------------------|---|-------------------------------------|--------------------------------|--------------------------|----------|------|----------|
| | | | | | | | | | Espectrofotómetro DR 2000 HACH | 0918 | | | | |
| OE | Producto | Fecha de Inicio | 2016-12-04 | Rango Bajo | Precisión HORWITZ | | | | % RPD | | | | | |
| 24097 | AGUA RESIDUAL | Fecha de Término | 2016-12-04 | Abs-Bk | RSD, Experim | RSD _t , Teórico | RSD _t ≥ RSDr | Duplicados | | | | | | |
| | | Limite de Cuantificación | 10.0 mg/L | 0.364 | | | | | | | | | | |
| Nº | Código de Muestra | Vol. Muestra mL | Factor de Dilución | | | Absorb. | | Conc. mg O ₂ /L | Conc x Fd mg O ₂ /L | Resultado mg O ₂ /L | Incertid. ± U | | | |
| | | | Alicuota | Aforo | Fd | Obtenida | Corregida | | | | | | | |
| 1 | 32363-01 D-1 VERTIMIENTO SEPARADORES | 2.5 | 1 | 1 | 1 | 0.095 | 0.269 | 86.6 | 86.6 | 86.6 | | | | |
| 2 | 32363-02 D-2 VERTIMIENTO LIMPIO | 2.5 | 1 | 1 | 1 | 0.317 | 0.047 | 8.8 | 8.8 | < 10 | | | | |
| Controles: | | | | | | | | | | | | | | |
| Blanco Laboratorio | | 2.5 | 1 | 1 | 1 | 0.355 | 0.009 | -4.521 | -4.5207 | < 10 | | | | |
| Verificación-Calibración (mg/L) | | 20 | 2.5 | 1 | 1 | 0.284 | 0.08 | 20.4 | % Recup. | 101.87 | | | | |
| Blanco Fortificado (mg/L) | | 20 | 2.5 | 1 | 1 | 0.287 | 0.077 | 19.3 | % Recup. | 96.61 | | | | |
| Adición y Duplicado de la Adición: | | | | | | | | Conc * Fd | V. Obtenido (mg/L) | % Recup. | % RPD Adición | | | |
| Adición (mg/L) | 20 | 2.5 | 25 | 50 | 2 | 0.171 | 0.193 | 119.99 | 39.27 | 98.18 | 1.16 | | | |
| Dupl. Adición (mg/L) | 20 | 2.5 | 25 | 50 | 2 | 0.169 | 0.195 | 121.39 | 40.67 | 101.68 | | | | |
| Curva de Calibración | | Rango Bajo | | | | | | Ecuación de la Curva de Calibración | | | | | | |
| Std | Conc (mg/L) | Abs. | Abs. Corregida | | | | | Y = | 0.002852 | X | + | 0.021893 | r² = | 0.999151 |
| Std-1 | 10.00 | 0.317 | 0.047 | | | | | Estándar-Curva | | Estándar-Verificación | | | | |
| Std-2 | 20.00 | 0.283 | 0.081 | | | | | | | | | | | |
| Std-3 | 50.00 | 0.197 | 0.167 | | | | | | | | | | | |
| Std-4 | 70.00 | 0.141 | 0.223 | | | | | | | | | | | |
| Std-5 | 90.00 | 0.088 | 0.276 | | | | | | | | | | | |
| CONTROLES DE CALIDAD EN: HS 16018875 / EXMA 25350 | | | | | | | | Demanda Química de Oxígeno (mg/L) = Conc O₂ (mg/L) x Fd | | | | | | |
| | | | | | | | | Muestra Preservada | <input checked="" type="checkbox"/> | Muestra Refrigerada | <input type="checkbox"/> | | | |
| | | | | | | | | Rango Alto | <input checked="" type="checkbox"/> | Rango Bajo | <input type="checkbox"/> | | | |
| | | | | | | | | λ | = | 420 | nm | | | |
| Analista | | | | V ^o B ^o Supervisor | | | | 5/12/2016 | | Fecha de Entrega | | | | |

3.10 Determinación de Demanda Bioquímica de Oxígeno

| LABORATORIO AMBIENTAL | | DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO DBO ₅ | | | | | | EQUIPO: | | CÓDIGO: | | | |
|-------------------------------------|---|--|------------------|------------|---------------------|---|-------|------------------|--------------------------------------|-----------------------|--------------------------------|-----------------|------|
| | | | | | | | | Oxímetro YSI | 2675 | Bureta-25 mL | BA-25-1 | | |
| X | | SMEWW - EPA | | | Protocolo | | | Incubadora | | 2826 | | | |
| OE | Producto | | | | Temp. Siembra (°C): | Inicio | 20.0 | | Glutámico-Glucosa. 198.5 ± 30.5 mg/L | | %RPD - Duplicados | | |
| EXMA - 25964 | AGUA RESIDUAL | | | | | Salida | 20.0 | | Control - 1 | Control - 2 | Muestra | Patrón | |
| Fecha de Inicio | 2016-12-09 | | Fecha de Término | 2016-12-14 | | LDM-LCM = 2.00 mg/L | | 205.0 | OK | 200.0 | OK | ----- | 2.47 |
| Nº | Código de Muestra | Diluciones (mL) | | | | O ₂ Disuelto (mg/L) | | Difer. Oxígeno | DBO ₅ mg/L | DBO ₅ mg/L | Promedio DBO ₅ mg/L | Incertid. (± U) | |
| | | Alicuota 1 | Aforo 1 | Alicuota 2 | Aforo 2 | Inicial | Final | | | | | | |
| 1 | 32928-01 D-1 | 150 | 300 | 1 | 1 | 7.20 | 0.20 | 7.00 | --- | 15.00 | 15.0 | | |
| | | 50 | 300 | 1 | 1 | 7.30 | 4.80 | 2.50 | 15.00 | | | | |
| | | 15 | 300 | 1 | 1 | 7.60 | 6.90 | 0.70 | <2.00 | | | | |
| | | 5 | 300 | 1 | 1 | 7.60 | 7.00 | 0.60 | <2.00 | | | | |
| | 32928-02 D-2 | 150 | 300 | 1 | 1 | 7.30 | 5.50 | 1.80 | <2.00 | < 2.00 | < 2.00 | | |
| | | 50 | 300 | 1 | 1 | 7.40 | 6.50 | 0.90 | <2.00 | | | | |
| | | 15 | 300 | 1 | 1 | 7.50 | 7.10 | 0.40 | <2.00 | | | | |
| | | 5 | 300 | 1 | 1 | 7.60 | 7.40 | 0.20 | <2.00 | | | | |
| <input checked="" type="checkbox"/> | | | | | | | | | | | | | |
| <input type="checkbox"/> | | | | | | | | | | | | | |
| <input type="checkbox"/> | | | | | | | | | | | | | |
| Bk - Método | | 300 | 300 | | | 8.00 | 7.80 | 0.2 | Diferencia de Blancos. ≤ 0.2 mg/L OD | | | | |
| Control 1 | EXMA-05349 | 6 | 300 | | | 8.00 | 3.90 | 4.10 | 205.0 | | | | |
| Control 2 | | 6 | 300 | | | 8.00 | 4.00 | 4.00 | 200.0 | | | | |
| Muestra Refrigerada | Observaciones <input type="checkbox"/> | | | | | Cálculo: DBO ₅ = (Diferencia de Oxígeno) × $\frac{\text{Aforo}_1}{\text{Alicuota}_1}$ × $\frac{\text{Aforo}_2}{\text{Alicuota}_2}$ | | | | | | | |
| Analista | | V ₀ B ₀ Supervisor | | | 2016-12-14 | | | Fecha de Entrega | | | | | |

4. Criterios Relacionados a la toma de muestra

Tabla N° 17: Requisitos para la toma de muestras

| Ensayos | Cantidad Mínima | Tipo de envase | Tipo de preservación | Tiempo de vida del analito | Observaciones | Referencia |
|---|-----------------|-------------------|--|----------------------------|--|--|
| Aceites y Grasas | 1000 mL | Vidrio ambar | Agregar H ₂ SO ₄ o HCl hasta llegar a un pH ≤ 2. y refrigerar ≤ 6° C | 28 días | No preenjuagar el frasco con muestra. No sumergir papel pH, electrodos, varillas de agitación u otros materiales. Colectar una o dos muestras adicionales por cada serie de 20 muestras | EPA Method 1664, Revision B. 2010. 40 CFR 136, tabla II |
| Cromo Hexavalente | 100mL | Plástico o vidrio | Refrigerar de ≤ 6° C Llevar a pH 9,3 a 9,7 con tampón de sulfato de amonio | 28 días | Ajustar el pH de las muestras a 9,3 a 9,7 con la solución tampón más 600 µL de NaOH 5N por cada 100 mL de muestra. Nunca diluir el volumen de la muestra por más de 10%. Refrigerar a <6°C. Analizar con 28 días de la recolección. Si el pH no está dentro del rango adecuado, entonces o se analiza la muestra o se ajusta el pH dentro de las 24h. | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 3500 Cr B y 1060 B, 22nd Ed. 2012 |
| Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO ₅) | 1000mL | Plástico o vidrio | Refrigerar de ≤ 6° C | 48 horas | Llenar el frasco completamente sin dejar espacios de aire | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 5210 B y 1060, 22nd Ed. 2012 |
| Demanda Química de Oxígeno (DQO) | 50mL | Plástico o vidrio | Analizar lo antes posible ó agregar H ₂ SO ₄ hasta llegar a un pH < 2. Refrigerar de ≤ 6° C | 28 días | Preferentemente coleccionar las muestras en botellas de vidrio. Analizar las muestras inestables sin demora. De no poder evitarse la demora antes del análisis, preservar la muestra por acidificación a pH ≤ 2 usando H ₂ SO ₄ concentrado | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 5220 D y 1060C, 22nd Ed. |
| Fenoles | 1000mL | Plástico o vidrio | Agregar H ₂ SO ₄ hasta llegar a un pH < 2. y refrigerar de ≤ 6° C | 28 días | En el método indica frascos de vidrio. | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 1060 B, 22nd Ed. 2012 |
| Fosfato (s) | 100mL | Plástico o vidrio | Refrigerar de ≤ 6° C | 48 horas | | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 4500-P, 22nd Ed. 2012 |
| Fosforo Total | 250mL | Plástico o vidrio | Agregar H ₂ SO ₄ hasta llegar a un pH < 2. y Refrigerar de ≤ 6° C | | Si se va a analizar fósforo disuelto, filtrar las muestra inmediatamente después de la toma. Si solamente se va a determinar el fósforo total, adicionar H ₂ SO ₄ o HCl al pH < 2 y Refrigerar de ≤ 6° C. Tambien se puede congelar la muestra sin utilizar preservante | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 4500-P y 1060 B, 22nd Ed. 2012 |
| Nitratos (NO ₃ ⁻) | 100 mL | Plástico o vidrio | Refrigerar ≤ 6° C | 48 horas | Iniciar las determinaciones de NO ₃ ⁻ rápidamente después del muestreo. Si el almacenamiento fuera necesario, conservar la muestra entre 2 y 4°C; las muestras cloradas son estables mucho más tiempo (al menos 14 días) sin la preservación de ácido. | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 4500-NO ₃ y 1060 B, 22nd Ed. 2012 |
| Nitrogeno Amoniacal | 250 mL | Plástico o vidrio | Analizar lo antes posible o agregar H ₂ SO ₄ hasta llegar a un pH < 2. y refrigerar de ≤ 6° C | 28 días | Si las muestras se van a analizar dentro de las 24 horas de la toma, refrigerar sin acidificar a 4 °C. Para conservar hasta 28 días, congelar a -20 °C sin acidificar o preservar las muestras acidificando a pH < 2 y almacenar a 4 °C. | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 4500-NH ₃ y 1060 B, 22nd Ed. 2012 |
| Sulfuros | 100 mL | Plastico ó vidrio | Agregar 4 gotas de Acetato de Zn 2N por cada 100 mL de muestra y luego NaOH pH> 9 refrigerar de ≤ 6° C | | Tomar muestras de agua con el mínimo de aireación. Ya sea para analizar las muestras inmediatamente después de la toma o para conservarlas con solución de acetato de zinc para su análisis posterior. Para conservar una muestra en una determinación de sulfuro total, se deben poner las soluciones de acetato de zinc y de hidróxido de sodio en una botella antes de llenarla con la muestra. Usar 0,2 mL de la solución de acetato de zinc 2M por cada 100 mL de muestra. Incrementar el volumen de la solución de acetato zinc si se espera que la concentración de sulfuro sea mayor a 64 mg/L. El pH final debe ser por lo menos 9. Adicionar NaOH si fuese necesario. Llenar la botella completamente y taponar. | SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 4500-S(2 ⁻) y 1060 B, 22nd Ed. 2012 |

Tabla N° 18: Criterio de Aseguramiento de calidad para la toma de muestra

| N° | Matriz | Norma o Referencia | Año | Título | Criterio de Aseguramiento de la Calidad | | Frecuencia | Criterios de Aceptación | Referencia | | |
|--|-------------|--|-----------|---|---|-------------------------------|---|--|--|-------|---|
| | | | | | Indicados por la norma de muestreo | Adoptados por Laboratorio | | | | | |
| 4 | Agua Salina | RJ N° 010-2016-ANA | 2016 | Protocolo nacional para el monitoreo de la calidad de los recursos hídricos superficiales | Blanco de campo ¹ | No indica | Uno por día cuando aplique | < LDM | RJ. N° 010-2016 -ANA Protocolo nacional para el monitoreo de la calidad de los recursos hídricos superficiales | | |
| | | | | | Blanco de viaje | | | RSD exp ≤ RSD Horwitz | | | |
| | | | | | Duplicado de campo | No indica | Uno por semana cuando aplique | < LDM | | | |
| | | | | | Blanco de frascos ¹ | | | El porcentaje de recuperación debe estar dentro del rango de recuperación establecido por el método o según 6014-P Validación de métodos de ensayo | | | |
| | | Blanco de equipos ¹ | | | | | | | | | |
| | | Matrices adicionadas ¹ | | | | | | | | | |
| | | SMEWW-APHA-AWWA-WEF. Part 9060 A y B. 22nd Ed. | 2012 | Samples | No indica | Blanco de viaje | Duplicado de campo | Uno por día cuando aplique | | < LDM | NTP-ISO 5667-14 2009 Calidad del agua. Muestreo. Parte 14: Guía para el aseguramiento de la calidad del muestreo de agua del ambiente y su manipulación |
| | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | Diferencia logarítmica de los resultados debe ser menor al límite de repetibilidad (Ensayos UFC) | | | |
| | | | | | | | El duplicado debe coincidir con el resultado de la muestra (ensayos cualitativos) | | | | |
| SMEWW-APHA-AWWA-WEF. Part 1060 B y C. 22nd Ed. | 2012 | Collection and preservation of samples | No indica | Blanco de campo | Duplicado de campo | Uno por día cuando aplique | < LDM | | | | |
| | | | | Duplicado de campo | | | RSD exp ≤ RSD Horwitz | | | | |
| | | | | Matrices adicionadas | | Uno por semana cuando aplique | El porcentaje de recuperación debe estar dentro del rango de recuperación establecido | | | | |

| N° | Matriz | Norma o Referencia | Año | Título | Criterio de Aseguramiento de la Calidad | | Frecuencia | Criterios de Aceptación | Referencia | |
|----------------------|-------------------------------|---|--|--|---|--|--|---|------------|---|
| | | | | | Indicados por la norma de muestreo | Adoptados por Laboratorio | | | | |
| 5 | Agua Salina | SMEWW-APHA-AWWA-WEF. Part 10200 B. 22nd Ed. | 2012 | Plankton | No indica | Blanco de equipos | Uno por día cuando aplique | por el método o según 6014-P Validación de métodos de ensayo | | |
| | | | | | | Duplicado de campo | | El resultado debe ser negativo a la presencia de organismos | | |
| | | SMEWW-APHA-AWWA-WEF. Part 10300 B. 22nd Ed. | 2012 | Periphyton | No indica | Blanco de equipos | Uno por día cuando aplique | El cociente de los resultados debe ser menor a 1,9 o 3,6 cuando aplique | | |
| | | | | | | Duplicado de campo | | El resultado debe ser negativo a la presencia de organismos | | |
| | Agua Residual | RM N° 061-2016-PRODUCE | 2016 | Protocolo para el monitoreo de los efluentes de los establecimientos pesqueros de consumo humano directo e indirecto | No indica | Blanco viajero | 10% de cada tipo de frasco | < LDM | | RM. N° 061-2016-PRODUCE Protocolo para el Monitoreo de los Efluentes de los establecimientos industriales pesqueros de consumo humano directo e indirecto |
| | | | | | | Duplicado de campo | Uno por día cuando aplique | RSD exp ≤ RSD Horwitz | | |
| Matrices adicionadas | Uno por semana cuando aplique | | | | | El porcentaje de recuperación debe estar dentro del rango de recuperación establecido por el método o según o según 6014-P Validación de métodos de ensayo | | | | |
| Agua Residual | NTP-ISO 5667-10 | 2012 | CALIDAD DE AGUA. Muestreo. Parte 10: Guía para el muestreo de aguas residuales | No indica | Blanco de viaje | Uno por día cuando aplique | < LDM | NTP-ISO 5667-14 2009 Calidad del agua. Muestreo. Parte 14: Guía para el aseguramiento de la calidad del muestreo de agua del ambiente y su manipulación | | |
| | | | | | Duplicado de campo | | RSD exp ≤ RSD Horwitz | | | |
| | | | | | Matrices adicionadas | Uno por semana cuando aplique | El porcentaje de recuperación debe estar dentro del rango de recuperación establecido por el método o según 6014-P Validación de métodos de ensayo | | | |

| N° | Matriz | Norma o Referencia | Año | Título | Criterio de Aseguramiento de la Calidad | | Frecuencia | Criterios de Aceptación | Referencia |
|----------------------|--|--------------------|---|----------------------|---|--|--|---|---|
| | | | | | Indicados por la norma de muestreo | Adoptados por Laboratorio | | | |
| Agua Residual | R.M. N° 273-2013-VIVIENDA | 2013 | Protocolo de monitoreo de la calidad de los efluentes de las plantas de tratamiento de aguas residuales domésticas o municipales - PTAR | Blanco de campo | No indica | Uno por día cuando aplique | < LDM | RM. N° 273-2013 - VIVIENDA Protocolo de monitoreo de la calidad de las plantas de tratamiento de aguas residuales domésticas o municipales - PTAR | |
| | | | | Duplicado de campo | | | RSD exp ≤ RSD Horwitz | | |
| | | | | Blanco de frascos | | | < LDM | | |
| | | | | Blanco de equipos | | | < LDM | | |
| | | | | Matrices adicionales | | | El porcentaje de recuperación debe estar dentro del rango de recuperación establecido por el método o según 6014-P Validación de métodos de ensayo | | |
| | SMEWW-APHA-AWWA-WEF. Part 9060 A y B. 22nd Ed. | 2012 | Samples | No indica | Blanco de viaje | Uno por día cuando aplique | < LDM | | NTP-ISO 5667-14 2009 Calidad del agua. Muestreo. Parte 14: Guía para el aseguramiento de la calidad del muestreo de agua del ambiente y su manipulación |
| | | | | | Duplicado de campo | | Para el duplicado de campo los valores obtenidos deben estar dentro de los límites de confianza al 95% de la tabla del NMP. (ensayos NMP) | | |
| | | | | | | | Diferencia logarítmica de los resultados debe ser menor al límite de repetibilidad (Ensayos UFC) | | |
| | SMEWW-APHA-AWWA-WEF. Part 1060 B y C. 22nd Ed. | 2012 | Collection and preservation of samples | No indica | Blanco de campo | Uno por día cuando aplique | < LDM | | |
| Duplicado de campo | | | | | RSD exp ≤ RSD Horwitz | | | | |
| Matrices adicionales | | | | | Uno por semana cuando aplique | El porcentaje de recuperación debe estar dentro del rango de recuperación establecido por el método. | | | |

