

	GESTIÓN DE RECURSOS Y SERVICIOS BIBLIOTECARIOS	Código	FO-SB- 12/v0
	ESQUEMA HOJA DE RESUMEN	Página	1/1

RESUMEN TRABAJO DE GRADO

AUTOR (ES):

NOMBRE(S): FAYZULY OSIRIS **APELLIDOS:** OSORIO IBARRA

NOMBRE(S): _____ **APELLIDOS:** _____

FACULTAD: _____ INGENIERIA

PLAN DE ESTUDIOS: _____ TECNOLOGIA QUIMICA

DIRECTOR:

NOMBRE(S): PEDRO SAUL **APELLIDOS:** RIVERA CARVAJAL

TÍTULO DEL TRABAJO (TESIS): ESTANDARIZACIÓN DEL PROTOCOLO DE DIAZOTIZACIÓN PARA LA DETERMINACIÓN DE NITRITOS EN CUERPO DE AGUA PROVENIENTES DE LOS MUNICIPIOS DE VILLA DEL ROSARIO, LOS PATIOS Y CUCUTA POR MEDIO DEL METODO ESPECTROFOTOMETRICO ULTRAVIOLETA-VISIBLE

RESUMEN

El presente proyecto tiene como objetivo estandarizar el protocolo de diazotización para la determinación de nitritos en cuerpos de agua provenientes de los municipios de Villa del Rosario, Los Patios y San José de Cúcuta, por medio del método espectrofotométrico ultravioleta- visible. Se utilizó una investigación experimental analítica de tipo cuantitativo para medir variables de control de calidad de los componentes. Se lograron implementar los procedimientos de calibración de material de vidriería y equipos, para la determinación de nitritos en cuerpos de agua. Igualmente, se estableció la metodología para la aplicación del protocolo de análisis de NO₂ por diazotización en muestras de agua superficial, subterránea y residual, provenientes de diferentes municipios previamente determinados del departamento. Se estandarizó el proceso para la determinación de nitritos, por medio del método espectrofotométrico ultra violeta-visible. Por último, se diseñaron los manuales correspondientes para la determinación de nitritos conforme a la metodología aplicada según la Norma Técnica Colombiana NTC 4782 actualizada en el año 2000.

PALABRAS CLAVE: protocolo de diazotización, determinación de nitritos, agua superficial, subterránea y residual.

CARACTERÍSTICAS:

PÁGINAS: 152 **PLANOS:** _____ **ILUSTRACIONES:** _____ **CD ROOM:** 1

Elaboró		Revisó		Aprobó	
Equipo Operativo del Proceso		Comité de Calidad		Comité de Calidad	
Fecha	24/10/2014	Fecha	05/12/2014	Fecha	05/12/2014

ESTANDARIZACIÓN DEL PROTOCOLO DE DIAZOTIZACIÓN PARA LA
DETERMINACIÓN DE NITRITOS EN CUERPO DE AGUA PROVENIENTES DE LOS
MUNICIPIOS DE VILLA DEL ROSARIO, LOS PATIOS Y CUCUTA POR MEDIO DEL
METODO ESPECTROFOTOMETRICO ULTRAVIOLETA- VISIBLE

FAYZULY OSIRIS OSORIO IBARRA

UNIVERSIDAD FRANCISCO DE PAULA SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERIA

PLAN DE ESTUDIOS TECNOLOGIA QUIMICA

SAN JOSE DE CUCUTA

2016

ESTANDARIZACIÓN DEL PROTOCOLO DE DIAZOTIZACIÓN PARA LA
DETERMINACIÓN DE NITRITOS EN CUERPO DE AGUA PROVENIENTES DE LOS
MUNICIPIOS DE VILLA DEL ROSARIO, LOS PATIOS Y CUCUTA POR MEDIO DEL
METODO ESPECTROFOTOMETRICO ULTRAVIOLETA- VISIBLE

FAYZULY OSIRIS OSORIO IBARRA

Trabajo de grado presentado como requisito para optar el título de:

Tecnólogo Químico

Director:

PEDRO SAUL RIVERA CARVAJAL

Licenciado en química, M.Sc.

UNIVERSIDAD FRANCISCO DE PAULA SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERIA

PLAN DE ESTUDIOS TECNOLOGIA QUIMICA

SAN JOSE DE CUCUTA

2016



UNIVERSIDAD FRANCISCO DE PAULA SANTANDER

ACTA DE SUSTENTACION DE UN TRABAJO DE GRADO

FECHA: 10 DE MAYO DE 2016 HORA: 2:00 p. m.

LUGAR: SALA 3 – TERCER PISO EDIFICIO CREAD - UFPS

PLAN DE ESTUDIOS: TECNOLOGIA QUIMICA

TITULO DE LA TESIS: "ESTANDARIZACION DEL PROTOCOLO DE DIAZOTIZACION PARA LA DETERMINACION DE NITRITOS EN CUERPO DE AGUA PROVENIENTES DE LOS MUNICIPIOS DE VILLA DEL ROSARIO, LOS PATIOS Y CUCUTA, POR MEDIO DEL METODO ESPECTROFOTOMETRICO ULTRAVIOLETA- VISIBLE"..

JURADOS: JORGE CORREDOR RODRIGUEZ
ERNESTO CASTRO RAMIREZ
DORA CECILIA RODRIGUEZ ORDOÑEZ


DIRECTOR: PEDRO SAUL RIVERA CARVAJAL.

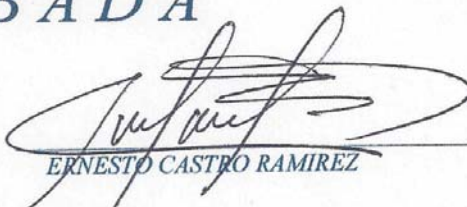
NOMBRE DE LOS ESTUDIANTES:

	CODIGO	CALIFICACION	LETRA
	NUMERO		
FAYZULY OSIRIS OSORIO IBARRA	1930116	3,9	TRES, NUEVE

APROBADA

FIRMA DE LOS JURADOS:


JORGE CORREDOR RODRIGUEZ


ERNESTO CASTRO RAMIREZ


DORA CECILIA RODRIGUEZ ORDOÑEZ

Vo. Bo.


JUAN MARÍA TORRES CAICEDO
Coordinador Comité Curricular

Betty M.

Contenido

	pág.
Introducción	18
1. Problema	21
1.1 Titulo	21
1.2 Planteamiento del Problema	21
1.3 Justificación	22
1.4 Objetivos	23
1.4.1 Objetivo general	23
1.4.2 Objetivos específicos	23
1.5 Alcances y Limitaciones	24
1.5.1 Alcance	24
1.5.2 limitaciones	24
1.6 Delimitación	24
1.6.1 Temporal	24
1.6.2 Espacial	24
2. Marco Referencial	26
2.1 Antecedentes de la Investigación	26
2.1.1 Antecedentes históricos	26
2.1.2 Recolección de la información	26
2.1.3 Protocolos de análisis	27
2.1.4 Antecedentes bibliográficos	28
2.2 Marco Conceptual	29

2.2.1 Agua superficial	32
2.2.2 Agua subterránea	32
2.2.3 Agua residual	33
2.2.4 El método espectrofotométrico	33
2.2.5 Método de diazotización	34
2.2.6 La importancia de la estandarización de métodos analíticos	35
2.2.6.1 Exactitud (Veracidad)	36
2.2.6.2 Precisión	36
2.2.6.3 Repetibilidad	36
2.2.6.4 Reproducibilidad	36
2.2.6.5 Limite de detección	36
2.2.6.6 Límite de detección instrumental (LDI)	37
2.2.6.7 Límite de detección del método (LDM)	37
2.2.6.8 Linealidad	37
2.2.6.9 Sensibilidad	37
2.2.6.10 Recuperación	38
2.2.6.11 Blanco de laboratorio o blanco de método (BK)	38
2.2.6.12 Muestra (M)	38
2.2.6.13 Muestra adicionada (MA)	38
2.2.6.14 Estandarización	38
2.2.6.15 Intervalo lineal	39
2.2.6.16 Intervalo de trabajo o de lectura directa	39
2.2.6.17 Intervalo de aplicación del método	39
2.3 Marco Contextual	39

2.3.1 Aplicación de ensayos.	40
2.4 Marco Legal	40
3. Metodología	42
3.1 Tipo de Investigación	42
3.2 Población	42
3.3 Muestra	42
3.4 Método	43
3.5 Implementación de los Procedimientos de Calibración de Material de Vidriería y Equipos en el Procedimiento de la Estandarización	44
3.6 Limpieza de Material Volumétrico Usado en la Estandarización del Método	46
3.7 Recolección de la Información	47
3.9 Ecuaciones Estadísticas Usadas en la Calibración de Materiales y Equipos	50
3.9.1 Exactitud	50
3.9.2 Coeficiente de Variación	51
3.9.3 Porcentaje de error	52
3.9.4 Error relativo	52
3.9.5 Varianza	52
3.9.6 Desviación estándar	53
3.10 Control de Calidad de los Equipos	53
3.10.1 Procedimiento para la verificación de la balanza analítica precisa Xb-2200 C	53
3.10.2 Control de calidad para el equipo Pure-pro, generador de agua ultra pura	54
3.10.3 Equipos Empleados Durante el Proceso de Estandarización	54
3.11 Metodología para la Aplicación del Protocolo de Análisis por Diazotización en Muestras de Agua Superficial, Subterránea y Residual	58

3.11.1 Zona de estudio y criterios de selección	58
3.11.2 Criterios generales para la toma de de muestras	60
3.11.3 Recipientes para la toma de muestras	61
3.11.4 Toma de muestras	61
3.11.5 Formato de custodia de muestras	62
3.11.6 Conservación y almacenamiento de la muestra	63
3.11.7 Transporte de la muestra	63
3.12 Preparación de Soluciones de Trabajo	63
3.12.1 Reactivo indicador de color: Adicionar	63
3.13 Procedimiento de Estandarización para la Solución madre de Nitrito, Procedimiento Tomado del Protocolo de Análisis de la NTC 4782, calidad del agua Determinación de NO ₂	65
3.13.1 Cálculo del Contenido de N-NO ₂ de la solución madre con la siguiente ecuación	66
3.13.2 Optimización de las condiciones de los parámetros instrumentales, generación de la curva de calibración	66
3.13.3 Preparación de los patrones	66
3.13.4 Construcción de la curva	67
3.13.5 Uso de la curva de calibración con muestras desconocidas	67
3.14 Procedimientos para la Preparación de Muestras Reales Previo al Desarrollo de Análisis de Cuantificación	68
3.14.1 Eliminación de los sólidos suspendidos	68
3.15 Implementación del Protocolo de Estandarización para la Determinación de N-NO ₂ en Agua Residual, de Pozo y Superficial por Medio del Método Espectrofotométrico	71
3.15.1 Etapa de Pre-estandarización	71

3.15.1.1 Límite de detección instrumental (LDI)	71
3.15.1.2 Calculo del intervalo de trabajo	71
3.15.1.3 Observación de variables	71
3.16 Procedimiento de Estandarización	71
3.16.1 Blanco (bk)	72
3.16.2 Estándar bajo	72
3.16.3 Estándar alto	72
3.16.4 Muestra	72
3.16.5 Muestra Adicionada	73
3.17 Control de calidad durante la implementación del método	73
3.17.1 Análisis y evaluación de las variables estadísticas de resultados que permiten cumplir con la normatividad NTC-ISO/IEC 17025 en el proceso de estandarización	73
3.17.2 Fundamento estadístico T Student	74
3.17.3 Rechazo de datos	74
3.17.4 Límite de detección del método (LDM)	76
3.17.5 Intervalo lineal	76
3.17.6 Intervalo de trabajo	76
3.17.7 Sensibilidad	76
3.17.8 Porcentaje de recuperación	77
3.18 Diseño de los Manuales Correspondientes para la Determinación de Nitritos	
Conforme a la Metodología Aplicada Según la NTC 4782 Actualizada en el Año 2000	78
3.18.1 Registros de calibración y manejo de los equipos de laboratorio	78
3.18.2 Formato de registro de preparación de soluciones	78
3.18.3 Formatos de campo	79

3.18.4 Formato de registro de pre estandarización	79
4. Resultados	81
4.1 Implementación de los Procedimientos de Calibración de Material de Vidriería y Equipos en el Procedimiento de la Estandarización	81
4.1.1 Control de calidad en el material volumétrico empleado en la elaboración de la estandarización	81
4.1.2 Control de calidad aplicado a los equipos empleados en la estandarización del Protocolo	83
4.1.2.1 Control de calidad realizado a la balanza analítica precisa serie XB 320	83
4.2 Aplicación del Protocolo de Análisis por Diazotización en Muestras de Agua Superficial, Subterránea y Residual, Provenientes del Municipio de Cúcuta, Villa del Rosario y los Patios	86
4.2.1 Toma de muestra para la realización de análisis	86
4.2.2 Preparación de soluciones de trabajo	87
4.2.3 Datos obtenidos de la estandarización para la solución madre de nitrito.	87
4.2.4 Elaboración de la curva de calibración	88
4.2.5 Preparación de las muestras reales para la realización de los análisis requeridos en el proceso	90
4.3 Avance de los Resultados en la Etapa de Pre estandarización de N-N ₂ en Muestras Reales	91
4.3.1 Análisis de resultados de la estandarización de los métodos propuestos	98
4.3.2 Plan de manejo y procesamiento de las muestras	99
4.4 Análisis de la Zona de Estudio 1 Villa del Rosario para Agua de Pozo	101
4.5 Análisis de la Zona de Estudio 2 San José de Cúcuta para agua superficial	103

4.6 Análisis de la Zona de Estudio 3. Los Patios, para Agua de Pozo	106
5. Conclusiones	109
6. Recomendaciones	111
Referencias Bibliográficas	112
Anexos	116