ANEXO A

CONTENIDO DE PROCEDIMIENTOS DE OPERACIÓN ESTÁNDAR (POE)

DETERMINACIÓN DE HIDROCARBUROS TOTALES POR EL MÉTODO DE PARTICIÓN- INFRARROJO

CONTENIDO

1. OBJETIVO 3
2. ALCANCE O CAMPO DE APLICACIÓN 3
3. PRINCIPIOS BÁSICOS Y DEFINICIONES 3
4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS 3
5. PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA 4
6. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES 4
6.1. Equipos. 4
6.2. Reactivos. 4
6.3. Materiales. 5
7. CONSIDERACIONES DE LIMPIEZA 5
7.1. Material de Vidrio 5
8.2 Áreas 5
7.2. Equipos 6
8. OPERACIONES 6
8.1. PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES 6
8.2. MARCHA ANALITICA 7
9. CONTROL DE REGISTROS 11
10. ANALISIS DE TRABAJO SEGURO Y MANEJO AMBIENTAL 11
10.1. Análisis de trabajo seguro – ATS 11
10.2. Manejo ambiental 13
11. CÁLCULOS 13
12. VALIDACIÓN 13
13. HERRAMIENTAS DE CONTROL DE CALIDAD 14
14. COMENTARIOS 14
15. DOCUMENTOS DE REFERENCIA 14
16. HISTORIA DE REVISIONES 15
17. DIAGRAMA DE FLUJO 16

CONTENIDO DE PROCEDIMIENTOS DE OPERACIÓN ESTÁNDAR (POE)

DETERMINACIÓN DE HIDROCARBUROS TOTALES POR EL MÉTODO DE PARTICIÓN- INFRARROJO

OBJETIVO

Establecer el adecuado desarrollo del método analítico para determinación de Hidrocarburos en muestras de agua por el método de partición infrarroja.

ALCANCE O CAMPO DE APLICACIÓN

El procedimiento se basa en el método 5520 F del estándar Methods y es aplicable para la medición de hidrocarburos en aguas residuales.

En la siguiente tabla marque con una X según aplique.

Validado		*No acreditado*		*Acreditado*	

PRINCIPIOS BÁSICOS Y DEFINICIONES

El espectrofotómetro infrarrojo de transformada de Fourier (FT-IR) permite realizar análisis químicos de muestras mediante la colección de datos en el rango del espectro IR-medio usando diversos accesorio incluyen transmisión, reflexión total atenuada (ATR), reflexión difusa (DRIFTS), y reflexión especular.

La espectroscopia infraroja de transformada de Fourier (FTIR) esta soportada en el principio de interferencia de radiación entre dos haces de luz para formar un interferograma. El producto es una señal producida como función del cambio de paso de luz entre los dos haces. Los dos dominios de distancia y frecuencia son interconvertibles mediante el método matemático de Transformada de Fourier.

En el procedimiento de extracción de los hidrocarburos de la muestra se hace uso de la sílica gel debido a que posee la habilidad de absorber materiales polares, si una solución de hidrocarburos y materiales grasos se mezcla en un solvente no polar con sílica gel, los aceites ácidos son removidos selectivamente de la solución. Los materiales que no son eliminados por la absorción de la sílica gel son definidos como hidrocarburos en la prueba.

LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Los hidrocarburos más polares, tales como los compuestos aromáticos complejos y los derivados hidrocarbonados de cloro, azufre y nitrógeno pueden ser

adsorbidos por la sílica gel. Cualquier compuesto distinto de los hidrocarburos y la materia grasa recuperado por los procedimientos para la determinación de aceite y grasa también interfiere.

PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Una muestra representativa del volumen de 1 litro se debe recoger en un frasco de vidrio, si la muestra posee una concentración mayor que 1000 mg/L de materia grasa tome volúmenes proporcionalmente menores.
Debido a las pérdidas de grasa que se produce en el equipo de muestreo, la recolección de una muestra compuesta no es práctico.

Un retraso entre el muestreo y el análisis de más de 4 horas requiere la preservación de la muestra como se indica en GA-POE-01. Un retraso de más de 48 horas también requiere refrigeración para la conservación de la muestra.

EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

Equipos.

Nº	CODIGO	NOMBRE
0	912A0690	FT-IR Nicolet iS5 -Accesorio de transmisión iD1
1		Balanza analítica Denver PI-314 de cuatro dígitos.

Llenar el cuadro e inserte las filas que sean necesarias.

Reactivos.

- **Sílica gel (100-200 mesh) Grado Davidson 923 o equivalente**: Secar a 110 °C por 24 horas y almacene en un recipiente sellado.
- **Tetracloruro de carbono CCl_4**. No use ningún recipiente de plástico para transferir del solvente entre envases. p.a.
- **Aceite de referencia:** Mezcla, por volumen, de 37.5% Isooctano-C_8H_{18} (p.a.), 37.5% Hexadecano- $C_{16}H_{34}$ (p.a.) y 25% Benceno- C_6H_6 (para espectroscopia). Almacene en un envase sellado para evitar evaporación.

- **Sodio sulfato Anhidro granulado para análisis de residuos Na_2SO_4**
- **Acido clorhídrico (HCl)** p.a**:** Para acidificar la muestra
- **Agua desmineralizada:** Emplear agua desmineralizada para enjuagar el material.

Materiales.

- Celda de cuarzo de 10 mm
- Placa agitadora
- Agitador magnético con recubrimiento de teflón
- Balones volumétricos, 25 -100- 500 mL grado A1
- Embudo de cristal
- Embudo forma pera o embudo de separación con llave de cierre de teflón o equivalente 2000 mL
- Pipetas Pasteur de vidrio
- Pipetas 10,9,7,6,5,4,3,2,1,0.5 mL
- Micropipeta
- Beaker 10 y 100 mL
- Papel filtro 11 cm de diámetro Whatman n 40 o equivalente.
- Cabina extractora de vapores.
- Cuarto frío, para el almacenamiento de las muestras. Debe permanecer a 4±2°C.

CONSIDERACIONES DE LIMPIEZA

Material de Vidrio

Como se indica en el GA-POE-36

8.2 Áreas

Describa las consideraciones de aseo del área si esta es un área especial y no se encuentra dentro del instructivo de limpieza general del laboratorio. De lo contrario cite el instructivo de limpieza general

Cuando describa la limpieza del área defina la frecuencia, el tipo de soluciones de limpieza que sean aplicables.

Equipos

Como se indica en el GA-IS -XXX

OPERACIONES

PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES

La preparación de patrones para el control de la calidad se presenta a continuación:

Preparación de patrones					
Procedimiento		**Verificaciones/Controles/Formatos relacionados**			
Paso N°	**Descripción**	**Que**	**Cómo**	**Cuándo**	**Registro**
1	Preparar el aceite de referencia por volumen del 37,5% de Isooctano(3mL), 37,5 % de Hexadecano(3 mL) y del 25 % de Benceno(2mL). Agitar suavemente. nota: Almacenar en un envase sellado para evitar la evaporación (matraz volumétrico 25mL)	Homogeneidad de la mezcla	Inspección visual	Cada vez que se prepare el aceite de referencia.	N.A
2	Pesar con rapidez alrededor de 0,5 gr del aceite en un matraz volumétrico	Balanza	Verificación de balanzas	diario	Registrar en el formato de uso de

	de 100 mL tarado.				balanza GA-FT-083
3	Añadir solvente y diluir hasta la marca del matraz volumétrico de 100 mL para preparar solución madre. Nota: Marcar el matraz con la concentración obtenida.	Verificar que el Material volumétrico cumpla con los requisitos de verificación	Control condiciones ambientales(T°)	Diario	GA-FT-083
4	Preparar un patrón de alrededor de 1000 mg/L, adicionando los 100 mL de patrón madre en un matraz volumétrico de 500 mL, aforar con el solvente.	Temperatura de almacenamiento	Almacenamiento en encubadora y verificación de temperatura	Diario	GA-FT-083
5	Tomar volumen de 5-4-3-2-1-0.5-0.2-0.25-0.1 mL llevarlos a volumen a un balón aforado de 25 mL.	Coeficiente de correlación de la curva.	Coeficiente de correlación >0.997	Cada vez que se realice curva de calibración.	N.A

La vida útil del patrón: 3 meses, Almacénese a una temperatura alrededor 21^0C ± 2°C.

MARCHA ANALITICA

Operaciones necesarias para la determinación de hidrocarburos totales en muestras de agua:

Procedimiento		Verificaciones/Controles/Formatos relacionados			
Paso N°	**Descripción**	**Que**	**Cómo**	**Cuándo**	**Registro**
1	Introducir la muestra (1 L) en el embudo de separación o embudo forma pera de 2000 ml, con llave de paso de teflón, previamente marcado con el número de la muestra.	N.A	N.A	N.A	N.A
2	Añadir 30 ml de solvente a la botella de la muestra para enjuagar. Pasar el solvente al embudo y agitar vigorosamente durante 2 minutos.	N.A	N.A	N.A	N.A
3	Ubicar el embudo en el soporte y dejar separar las capas.	N.A	N.A	N.A	N.A
4	Añadir 1 gr de Na_2SO_4 al cono del papel filtro previamente humedecido con el solvente y ubicarlo en el embudo de vidrio.	Balanza analítica	Verificación de balanzas	diario	Registrar en el formato de uso de balanza GA-FT-083

5	Drénese lentamente el solvente a través del papel filtro en un balón aforado limpio de 100 mL previamente purgado. Nota: añadir porciones de 1 gr de Na_2SO_4 al cono si es necesario.	Paso exclusivo de solvente al balón aforado.	Verificación de fases en el balón aforado.	Cada extracción	N.A
6	Realizar dos extracciones más con 30 ml de solvente cada vez. Combinar los extractos en el balón aforado. Enjuagar la punta del embudo de separación, papel filtro y el embudo de vidrio con un total de 5-10 ml de solvente y recoger en el balón.				
7	Llenar la celda limpia con la solución y determinar su absorbancia a 2930 cm^{-1}, con el fin de conocer la concentración de aceites y grasas. Purgue 2 veces la	Condiciones ambientales	Control de condiciones ambientales	Diario	GA-FT-083

	celda con la solución antes de leer la misma. Nota: si es necesario realice dilución en balones volumetricos de 25 mL.				
8	Añadir 3 gr de silica gel a 100 mL de solvente que contenga menos de 100 mg de materia grasa. Agitar la solución durante 5 min en un agitador magnético.	Balanza analítica	Verificación de balanzas	diario	Registrar en el formato de uso de balanza GA-FT-083
9	Filtrar la silica gel, Llenar la celda limpia con la solución y determinar su absorbancia a 2930 cm^{-1}. Purgue 2 veces la celda con la solución antes de leer la misma.	Condiciones ambientales	Control de condiciones ambientales	Diario	GA-FT-083
10	Reportar los resultados obtenidos en el software multiplicado por el factor de dilución.	N.A	N.A	N.A	N.A
11	Disponer los residuos según lo	N.A	N.A	N.A	N.A

	establecido en el numeral 11.2.				

CONTROL DE REGISTROS

Falta definir

ANALISIS DE TRABAJO SEGURO Y MANEJO AMBIENTAL

Análisis de trabajo seguro – ATS

ATS		
1. Secuencia de tareas del parámetro (A, B, C, D, …)	**2. Riesgos Potenciales** Peligros (Fuentes – Elementos - Situaciones)	**3. Controles Requeridos (*)** (1.Preventivos-> 2.Protectivos-> 3.Reactivos)
A. preparación y lectura de patrones	1. ingestión, inhalación o contacto con Isooctano, Benceno, Hexadecano y/o Tetracloruro de carbono.	1.1. Conocer Hoja de Seguridad de los reactivos, en lo posible mantener los recipiente herméticamente cerrado y evitar el contacto y exposiciones prolongadas o repetidas. 1.2 Hacer uso de los EPP y de la cabina de extracción; usar mascarilla con cartuchos para vapores orgánicos durante todo el proceso de preparación y lectura de patrones. 1.3 Ingestión: no provocar el vómito y acudir inmediatamente al médico. Inhalación: dirigirse a un lugar ventilado Si no respira, proporcionar respiración artificial y oxígeno. Contacto con la piel: Lavar con agua y jabón abundantes. Contacto con los ojos: Lavar inmediatamente con

		agua asegurándose de abrir los párpados Derrame: seguir el instructivo anti derrames.
	2. Explosiones y/o incendios	2.1. Conocer Hoja de Seguridad de los reactivos *y m*antenerlos alejado de fuentes de calor. 2.2. Usar mascarilla debido a que se produce una gran cantidad de humo. 2.3. Hacer uso de los extintores portátiles para líquidos inflamable s en caso de conato de incendio, de lo contrario avisar al brigadista.
B. Extracción de hidrocarburos de la muestra	1. ingestión, inhalación o contacto con el solvente Tetracloruro de carbono.	1.1. Conocer Hoja de Seguridad del solvente, en lo posible mantener el recipiente herméticamente cerrado y evitar el contacto y exposiciones prolongadas o repetidas. 1.2. Hacer uso de los EPP y de la cabina de extracción; usar mascarilla con cartuchos para vapores orgánicos durante todo el proceso. 1.3. Ingestión: no provocar el vómito y acudir inmediatamente al médico. Inhalación: dirigirse a un lugar ventilado Si no respira, proporcionar respiración artificial y oxígeno. Contacto con la piel: Lavar con agua y jabón abundantes. Contacto con los ojos: Lavar inmediatamente con agua asegurándose de abrir los párpados Derrame: seguir el instructivo anti derrames.

Manejo ambiental

MANEJO AMBIENTAL			
1. Actividad	**2. Aspectos Ambientales**	**3. Impactos Ambientales**	**4.Controles y Manejo Ambiental (*)**
Preparación y lectura de patrones	*1. Generación de residuos líquidos*	*1. Deterioro del recurso hídrico.*	*1. Depositar en garrafas de solventes*
	2. Emisión de vapores	2. Afectación de la calidad del aire	2. filtros en cabinas de extracción
Extracción de hidrocarburos de la muestra	1. Generación de vertimientos	1. Deterioro del recuso hídrico.	1. Disposición en garrafas de solventes.

CÁLCULOS

Valor arroja el equipo multiplicado por el factor de dilución, expresado con dos cifras decimales.

VALIDACIÓN

En forma de tabla, presente los resultados de la validación del método llevada a cabo en el Laboratorio de la CAR. Con la validación se determinará que el procedimiento está cumpliendo con los niveles de precisión y exactitud establecidos por una norma ya existente o por los criterios definidos internamente. Ver documento *GA-MC-03 Control de la calidad analítica*.

Referenciar el informe de validación y el año en que entro vigencia, cuando se realizo la validación, ***si tiene*** resolución de acreditación. Resolución Nº XXX de AAAA.

Condiciones ambientales normales de trabajo	momento de la lectura: Temperatura 15-20°C Humedad relativa 2-50%
Limite de detección del método	0,030 mg/L
Límite de Cuantificación	4,8 mg/L

Rango lineal	4.8 mg/L- 200 mg/L
Rango de trabajo	4.8-10.000mg/L
Repetibilidad	**Concentración baja** 94,417 % de precisión y *99,537*% exactitud **Concentración media** 99,569% de precisión y 99,619 % exactitud **Concentración alta** 99,756% de precisión y 99,672% exactitud
Porcentaje de recuperación	101,91% Matriz A. Residual
Sensibilidad	0,002 intervalo de 4-200 mg/L
Incertidumbre	U. mensurando= C* U exp

HERRAMIENTAS DE CONTROL DE CALIDAD

Falta definir

COMENTARIOS

Si se sospecha que se formará una emulsión estable durante la agitación de la muestra se recomienda hacer esto suavemente durante 5 a 10 minutos.

DOCUMENTOS DE REFERENCIA

- Eaton, Andrew D., et al., 2005. Standard methods for the examination of water & wastewater. 21st edition. Pag. 5-39 a 5-42.
- EPA. Petroleum Hydrocarbons (Spectrophotometric,Infrared). METHOD #: 418.1
- Pinho C, Mansilha C, Gameiro P. Evaluation of the actual standard procedures for analysis of total extractable hydrocarbons in environmental water matrices. Revista Desalination. Vol 273, 308-315.
- Thermo Fisher Scientific. OMNIC User's Guide. Version 8.0.

- Thermo Fisher Scientific. Nicolet iS5 Getting Started FTIR, Noviembre 2010.
- Thermo Fisher Scientific. Nicolet iS5. Guia de seguridad, Noviembre 2010.
- Thermo Fisher Scientific. FT-IR Nicolet iS5. User Guide, Noviembre 2010.
- GA-MC-03, Guía de control de la calidad analítica, Versión 05, 2011.
- GA-GI-02 V03, Guía para el cálculo de incertidumbre.

HISTORIA DE REVISIONES

Relacione las revisiones hechas al documento y la descripción de los cambios verifique que las versiones coincidan con el modelo que se muestra a continuación:

Revisión	Descripción del cambio	Elaborado por/Memorando/Acta	Fecha
0	Elaboración POE	Mildred Carolina Otálora	Junio/ 2012
1	Cambio o revisión correspondiente a la versión N°1		
2	Cambio o revisión correspondiente a la versión N°2		

Llenar el cuadro e inserte las filas que sean necesarias.

DIAGRAMA DE FLUJO

