

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE NICARAGUA.
(UNAN-LEON)
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA DE ALIMENTOS**



Monografía Para optar al TITULO Ingeniería de Alimentos

**PROCEDIMIENTOS QUE SE REQUIEREN PARA
VALIDAR EL PROCESO TECNOLÓGICO EN LA
OBTENCIÓN DE AGUA PURIFICADA.**

Presentada por: *Alex Vladimir Arce López.*
Idania José Mendoza García.
Clara Verónica Sirias Martínez.

TUTOR: Lic. SANDRA NAVARRETE
ASESOR: Dr. (Ph.D.) EUDORO TREJOS E.

León, febrero 2006

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación, se pretende elaborar los procedimientos para validar el proceso de obtención de agua purificada.

Como resultado del trabajo se diseñó un programa de análisis de riesgo durante el proceso de obtención de agua purificada proporcionando a los empresarios las herramientas de garantía de procedimientos de alta calidad, permitiendo la optimización de los recursos materiales disminuyendo de manera oportuna problemas que ocasiona pérdidas económicas y afecte el prestigio del producto

Se establecieron los componentes de un plan maestro de validación del Proceso de Obtención del Agua Purificada, en el cual se abarcan todas las etapas indispensables del flujograma del proceso.

Se elaboró un Manual de Procedimientos que permiten presentar los métodos de análisis físico-químico (Determinación de pH, Conductividad eléctrica, Alcalinidad, Color, Dureza y Cloro residual) y microbiológico (Coliformes Totales y Fecales) que se utilizan para conocer la calidad del Agua.

Se recopiló la norma nacional e internacional referente a los requerimientos para la obtención de agua purificada.

Agradecimiento

Agradecemos infinitamente a DIOS, por brindarnos la fuerza, sabiduría y paciencia para culminar nuestro trabajo monográfico y cumplir de esta manera nuestra meta tan anhelada.

Agradecemos a nuestros padres por habernos apoyado todo este tiempo que duro nuestra investigación dándonos ánimos día a día para poder culminar.

A nuestra Tutora Líc. Sandra Navarrete por su apoyo incondicional que nos brindo todo este tiempo.

A nuestro asesor Dr. (Ph.D.) Eudoro Trejos E. por habernos brindado su colaboración tan valiosa y así poder cumplir nuestro sueño.

ALEX VLADIMIR ARCE LOPEZ.

IDANIA JOSE MENDOZA GARCIA.

CLARA VERÓNICA SIRIAS MARTINEZ.

Dedicatoria

Doy gracia a Dios por haberme dado la vida, luz, sabiduría paciencia y fuerza necesaria para salir adelante y lograr este sueño tan anhelado hecho realidad hasta el día de hoy.

A mis padres: José Francisco Arce Espinal y Teresa López B. que con sacrificio y amor me dieron su apoyo incondicional para lograr culminar mi carrera, dándome palabras de aliento para no flaquear en camino.

A mis hermanos: por su confianza, afecto, paciencia y comprensión para poder terminar mi carrera.

ALEX VLADIMIR ARCE LOPEZ

Dedicatoria

A Dios por darme la vida, la sabiduría y fortaleza de seguir adelante.

A mis padres: Miguel Ángel Mendoza Díaz y Leonor García Bolaños por su sacrificio abnegación, apoyo y amor que me brindaron para llegar a ser una profesional.

A mis hermanos : Carol y Zamír por apoyarme y comprenderme en cada momento de mi vida.

Idania José Mendoza García.

Dedicatoria

A mis Padres: Heriberto Siria Pérez (+) aunque ya no esta conmigo pero ha sido mi ejemplo a seguir y María Martínez Muñoz que me brindo su apoyo incondicional y amor para lograr culminar mi carrera.

A mis hermanos: Heriberto, Ana María, Eduarda y Adelayda que me brindaron su cariño y comprensión siempre.

A mis cuñados: Lucrecia Martínez y Pablo Córdoba , los cuales me apoyaron y me dieron palabras de aliento para seguir adelante.

A mi amiga: Mónica Raquel Zapata Centeno que ha estado conmigo en momentos difíciles y me ayudo a superarlos con sus consejos y apoyo.

A mí hijo: Rodrigo H. Sirias que es parte de mi vida y la razón por la cual quiero ser cada día mejor.

CLARA VERÓNICA SIRIAS MARTINEZ.

ÍNDICE DE CONTENIDO

| Contenido | Pág. |
|--|-------------|
| I. Introducción----- | 1 |
| II. Objetivos----- | 2 |
| III. Marco Teórico----- | 3 |
| 3.1 Generalidades sobre el agua | |
| 3.2 Análisis de Riesgo e Identificación de Puntos Criticos (ARICPC). | |
| 3.3 Validación | |
| IV. Metodología ----- | 22 |
| V. Resultados----- | 23 |
| 5.1 Propuesta de un programa de análisis de riesgo | |
| 5.2 Componentes de un plan master de validación | |
| 5.3 Manual de procedimiento de control de calidad del agua | |
| 5.4 Recopilación de Normas | |
| VI. Conclusión ----- | 76 |

| | |
|---------------------------|----|
| VII. Recomendaciones----- | 77 |
| VIII. Bibliografía----- | 78 |
| IX. Anexos----- | 79 |

I. INTRODUCCION

Nicaragua es un país que cuenta con importantes recursos hídricos naturales como: ríos, lagos y lagunas los cuales pueden considerarse como grandes potenciales de obtención de agua en nuestro país.

El agua es utilizada para uso domestico en el consumo Humano, preparación de alimentos. En la industria para el procesamiento de alimentos, limpieza y desinfección de las áreas de procesos, al mismo tiempo existe en el comercio una gran cantidad de empresas dedicadas a elaborar aguas purificadas las cuales son utilizadas para el consumo humano, análisis de alimentos elaboración de bebidas carbonatadas y saborizadas.

En los últimos años se ha incrementado considerablemente el surgimiento de empresas purificadoras de agua logrando de esta manera la industrialización y comercialización de la misma.

Hemos considerado necesario desarrollar la investigación sobre procedimientos que se requiere para validar el proceso tecnológico en la obtención de agua purificada de consumo humano, debido a que toda empresa procesadora de este tipo de producto tiene que cumplir requisitos de infraestructura, equipos de proceso, empaque y almacenamiento lo que permite poder competir a nivel nacional y regional, debido que el agua es un liquido vital indispensable para la humanidad y la vida de los seres vivos.

II. OBJETIVOS

General

Procedimientos que se requieren para validar el proceso tecnológico en la obtención de agua purificada.

Específicos

1. Diseñar una propuesta de un programa de análisis de riesgo en la elaboración de agua purificada.
2. Establecer componentes de un plan maestro de validación.
3. Presentar el manual de procedimientos de control de calidad del agua.
4. Recopilar las normativas nacionales e internacionales relacionadas a la elaboración de agua purificada.

III. MARCO TEORICO

3.1 Generalidades sobre el agua

¿Qué es el agua?

El agua pura es un líquido inodoro e insípido. Tiene un matiz azul, que sólo puede detectarse en capas de gran profundidad. A la presión atmosférica (760 mm de mercurio), el punto de congelación del agua es de 0° C y su punto de ebullición de 100° C. El agua alcanza su densidad máxima a una temperatura de 4° C y se expande al congelarse. Como muchos otros líquidos, el agua puede existir en estado sobre enfriado, es decir, que puede permanecer en estado líquido aunque su temperatura esté por debajo de su punto de congelación; se puede enfriar fácilmente a unos -25° C sin que se congele.

El agua es fuente de vida, toda la vida depende del agua. El agua constituye un 70% de nuestro peso corporal. Necesitamos agua para respirar, para lubricar los ojos, para desintoxicar nuestros cuerpos y mantener constante su temperatura. Por eso, aunque un ser humano puede vivir por más de dos semanas sin comer, puede sobrevivir solamente tres o cuatro días sin tomar agua. Las plantas serían incapaces de producir su alimento y de crecer sin el agua.

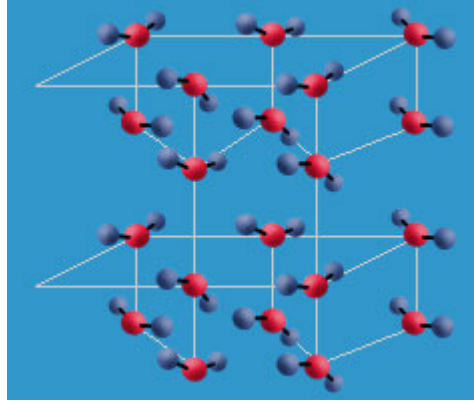
El agua por si misma es incolora y no tiene olor ni gusto definido. Sin embargo, tiene unas cualidades especiales que la hacen muy importante, entre las que destacan el hecho de que sea un regulador de temperatura en los seres vivos y en toda la biosfera, por su alta capacidad calórica (su temperatura no cambia tan rápido como la de otros líquidos). (4)

Composición y características de la molécula de agua

La molécula de agua está compuesta por dos átomos de hidrógeno y uno de oxígeno unidos por un enlace covalente. Es decir, los dos átomos de hidrógeno y el de oxígeno se unen compartiendo electrones. Su fórmula es H₂O.

Mediante análisis espectroscópico y de rayos X se ha determinado el ángulo de enlace entre el hidrógeno y el oxígeno, que es de 104.5°, y la distancia media entre los átomos de hidrógeno y oxígeno, que es de 96.5 pm o, lo que es lo mismo, $9.65 \cdot 10^{-8}$ milímetros.

La disposición de los electrones en la molécula de agua le comunica asimetría eléctrica por la diferente electronegatividad del hidrógeno y del oxígeno. La electronegatividad es la capacidad de un átomo para atraer los electrones compartidos en un enlace covalente.

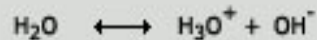


Como el oxígeno es más electronegativo que el hidrógeno, es más probable que los electrones, que poseen carga negativa, estén más cerca del átomo de oxígeno que del de hidrógeno, lo cual provoca que cada átomo de hidrógeno tenga una cierta carga positiva que se denomina carga parcial positiva, y el de oxígeno, una negativa, ya que tiene los electrones más cerca. Esto significa que el agua es una molécula polar, pues tiene una parte o polo negativa y otra positiva, aunque el conjunto de la molécula es neutro. De este carácter polar derivan casi todas sus propiedades fisicoquímicas y biológicas.

Cuando dos moléculas de agua están muy cerca entre sí se establece una atracción entre el oxígeno de una de las moléculas, que tiene carga parcial negativa, y uno de los hidrógenos de la otra molécula, que tiene carga parcial positiva. Una interacción de este tipo se denomina enlace o puente de hidrógeno, y las moléculas de agua se ordenan de tal modo que cada molécula puede asociarse con otras cuatro. Esta interacción es la que se da con el hielo.

El hielo tiene una densidad menor que el agua líquida y, por ello, flota, lo que implica importantes consecuencias biológicas en la ecología de los organismos acuáticos. El agua puede reaccionar con otros compuestos mediante reacciones de hidrólisis, hidratación, etc.

Además, el agua en disolución se ioniza en pequeña proporción, produciéndose el siguiente equilibrio:



Este equilibrio constituirá la base para la escala de pH.(4)

Propiedades bioquímicas (Parámetros biológicos)

Los seres vivos se han adaptado para utilizar químicamente el agua en dos tipos de reacciones:

En la fotosíntesis en la que las enzimas utilizan el agua como fuente de átomos de hidrógeno.

En las reacciones de hidrólisis, en que las enzimas hidrolíticas han explotado la capacidad del agua para romper determinados enlaces hasta degradar los compuestos orgánicos en otros más simples, durante los procesos digestivos.

En el agua viven de modo natural multitud de organismos. Lo que se intenta en las aguas de consumo público es la eliminación de aquellos microorganismos que puedan ser perjudiciales para la salud, los llamados microorganismos patógenos. Por otro lado hay también muchos organismos que sirven como índice de calidad del estado de un agua. (4)

Propiedades organolépticas

El agua pura es incolora, inodora e insípida. No obstante, en el medio natural el agua dista mucho de ser pura y presenta unas propiedades específicas que afectan a los sentidos. Estas propiedades se denominan propiedades organolépticas y afectan al gusto, al olor, al aspecto y al tacto, distinguiéndose: temperatura, sabor, olor, color y turbidez.

La temperatura es una de las constantes físicas que adquiere gran importancia en el desarrollo de los fenómenos que ocurren en el agua, ya que puede determinar la variación de sus propiedades físicas, químicas o biológicas. Así, una variación de temperatura afecta a parámetros tales como la solubilidad de los gases en agua, tensión superficial, viscosidad, densidad, solubilidad de sales, etc.

La temperatura puede indicarnos el estado y los antecedentes de un agua residual o industrial. La temperatura normal de estas aguas es ligeramente superior a la de abastecimiento y, en algunos casos, como centrales nucleares o destilerías, muy superior, lo que origina alteraciones en los equilibrios ecológicos.

La eliminación o reducción del color se hace normalmente mediante coagulación, sedimentación y filtración. En algunos casos, también se emplean la cloración y el carbón activo. El color debe eliminarse en las aguas de bebida y en las de uso industrial. El color, a veces aumenta entre la planta de tratamiento y el consumidor, debiéndose probablemente a la existencia de corrosiones en el sistema de distribución.

Por otra parte, el olor y el sabor están relacionados desde el punto de vista

fisiológico. Son muchas las fuentes de olores y sabores en el agua, pudiendo clasificarse del siguiente modo: Fuentes naturales, compuestos inorgánicos, orgánicos y organismos acuáticos.

Entre los compuestos inorgánicos vemos que la mayoría son inodoros. Una excepción es el sulfuro de hidrógeno y sus compuestos, que tienen un característico olor a huevos podridos. Sin embargo, hay muchos minerales y sales que comunican sabor al agua. De los elementos o compuestos añadidos al agua durante su tratamiento, es el cloro y sus compuestos los que pueden ser causa de olores y sabores, pero sin problemas de gravedad. Sin embargo, los compuestos orgánicos sí suelen ser fuente de problemas. (4)

Propiedades físico-químicas del agua

Acción disolvente. El agua es el líquido que más sustancias disuelve (disolvente universal), esta propiedad se debe a su capacidad para formar puentes de hidrógeno con otras sustancias, ya que estas se disuelven cuando interaccionan con las moléculas polares del agua. La capacidad disolvente es la responsable de dos funciones importantes para los seres vivos: es el medio en que transcurren las mayorías de las reacciones del metabolismo, y el aporte de nutrientes y la eliminación de desechos se realizan a través de sistemas de transporte acuosos.

Fuerza de cohesión entre sus moléculas. Los puentes de hidrógeno mantienen a las moléculas fuertemente unidas, formando una estructura compacta que la convierte en un líquido casi incompresible.

Elevada fuerza de adhesión. De nuevo los puentes de hidrógeno del agua son los responsables, al establecerse entre estos y otras moléculas polares, y es responsable, junto con la cohesión de la capilaridad, al cual se debe, en parte, la ascensión de la sabia bruta desde las raíces hasta las hojas.

Gran calor específico. El agua absorbe grandes cantidades de calor que utiliza en romper los puentes de hidrógeno. Su temperatura desciende más lentamente que la de otros líquidos a medida que va liberando energía al enfriarse. Esta propiedad permite al citoplasma acuoso servir de protección para las moléculas orgánicas en los cambios bruscos de temperatura.

Elevado calor de vaporización. A 20° C se precisan 540 calorías para evaporar un gramo de agua, lo que da idea de la energía necesaria para romper los puentes de hidrógeno establecidos entre las moléculas del agua líquida y, posteriormente, para dotar a estas moléculas de la energía cinética suficiente para abandonar la fase líquida y pasar al estado de vapor.

Elevada constante dieléctrica. Debido a que posee moléculas bipolares, el agua es un gran medio disolvente de compuestos iónicos, como las sales minerales, y de compuestos covalentes polares como los glúcidos.

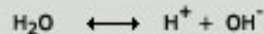
Las moléculas de agua, al ser polares, se disponen alrededor de los grupos polares del soluto, llegando a desdoblarse los compuestos iónicos en aniones y cationes, que quedan así rodeados por moléculas de agua. Este fenómeno se llama solvatación iónica.

Bajo grado de ionización. De cada 10⁷ de moléculas de agua, sólo una se encuentra ionizada. $\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+ + \text{OH}^-$. Esto explica que la concentración de iones hidronio (H_3O^+) y de los iones hidroxilo (OH^-) sea muy baja. Dado los bajos niveles de H_3O^+ y de OH^- , si al agua se le añade un ácido o una base, aunque sea en poca cantidad, estos niveles varían bruscamente. (4)

Características químicas de las soluciones acuosas

El pH indica la medida de la concentración de los cationes hidronios, H^+ , libres en el agua. En función de las sustancias presentes y de su afinidad por los H^+ , el agua tendrá un pH u otro. El pH del agua en su estado natural de los ríos está entre 6,5 y 8.

El agua se autoioniza según el equilibrio siguiente:



El producto de las concentraciones del ión H_3O^+ y del ión OH^- es constante, y se denomina producto iónico del agua, K_w .

$$\text{a } 25^\circ\text{C} \quad K_w = [\text{H}^+][\text{OH}^-] = 1.0 \cdot 10^{-14}$$

En una disolución neutra ambos iones tienen una concentración de 10^{-7} mol/l. Para evitar números demasiado pequeños Sorensen, un bioquímico danés, ideó la escala de pH. Así, en una disolución neutra:

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = -\log [1 \cdot 10^{-7}] = 7$$

Por tanto tenemos que el pH oscila de 0 a 14, y que:

En disoluciones neutras, $\text{pH}=7$

En disoluciones ácidas, $[\text{H}^+] > 10^{-7}$, luego $\text{pH} < 7$

En disoluciones básicas, $[\text{H}^+] < 10^{-7}$, luego $\text{pH} > 7$

El pH es importante ya que influye en los procesos de potabilización.

El potencial redox únicamente se emplea cuando se quiere saber el estado de oxidación de las especies que contiene el agua. En análisis de agua no se suele

emplear el potencial redox, pues para evaluar la calidad se utilizan otros parámetros indicadores. Únicamente se emplea cuando se quiere saber el estado de oxidación de las especies que contiene el agua. (4)

Origen de las Aguas Naturales

- **Aguas superficiales:** son en general dulces, poco mineralizadas y con abundante materia orgánica.
- **Aguas de Pozo de perforación:** Suelen ser duras, ricas en calcio y en magnesio en especial, con gran cantidad de minerales y poca materia orgánica ya que las rocas hacen la función de filtro.
- **Aguas de Arroyo:** Pueden contener plaguicidas, detergentes, hidrocarburos, etcétera, por la contaminación humana, principalmente por las aguas superficiales.

Composición de las Aguas Naturales

Las aguas naturales comprenden:

- Sales inorgánicas disueltas, siendo las principales:
Cationes: calcio, magnesio, sodio, potasio, hierro;
Aniones: bicarbonatos, cloruros, sulfatos, nitratos, silicatos.
- Sales orgánicas disueltas,
- Gases disueltos: oxígeno, dióxido de carbono,
- Partículas en suspensión,
- Materia Orgánica,
- Materias Coloidales,
- Microorganismos. (4)

Clasificación de las aguas

Aguas continentales superficiales

La mayor parte del agua del planeta, que cubre el 72% de su superficie, se haya en los océanos. El resto se encuentra en los continentes en forma de grandes masas de hielo y nieve en los casquetes polares y en campos de hielo; en menor proporción en lagos, ríos y capas del subsuelo y en forma de vapor en la atmósfera. La siguiente tabla muestra la desigual distribución del agua en la Tierra:

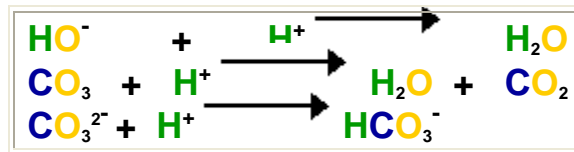
| Fuente | Porcentaje |
|------------------------------|------------|
| Océanos | 97,39% |
| Inlands, icebergs, glaciares | 2,01% |
| Capas, humedad del suelo | 0,58% |
| Lagos y ríos | 0,02% |

Aproximadamente el 2,6% del agua del planeta es agua no salada o “dulce” y de ésta solo el 10% se encuentra en lagos, ríos y subsuelo que es prácticamente el agua disponible en los continentes. Por lo tanto, el agua dulce es un recurso sumamente escaso y desgraciadamente para muchas poblaciones su distribución en los continentes es muy heterogénea.

El agua dulce proviene de dos fuentes; el *agua superficial* que se origina en la precipitación que no se infiltra en el suelo y el *agua subterránea* que se infiltra.

El **agua superficial** es captada y llevada a través de las cuencas hidrológicas hacia los cuerpos de agua superficial. El **agua subterránea** o **freática**, ocupa todos los poros del subsuelo, dando lugar a una zona de saturación. Bajo esta zona hay un estrato rocoso impermeable. El transporte de agua en el subsuelo se realiza a través de napas o acuíferos, que son conductos saturados de agua a través de los cuales ésta escurre lentamente por gravedad. Los acuíferos se recargan naturalmente por precipitación infiltrada en el suelo.

La alcalinidad, que es la capacidad de aceptar protones, es importante en las reacciones en los medios geológicos y biológicos rodeados por el agua. Las aguas con elevada alcalinidad tienen pH elevados y generalmente contienen gran cantidad de sólidos disueltos. Las principales especies químicas responsables de la alcalinidad son los aniones hidroxilo, bicarbonato y carbonato:



Aguas de ríos

Aquellas áreas de la superficie que captan el agua que escurre y la conducen hasta los sitios donde se almacena, cuerpos de agua, se denominan *cuencas hidrológicas*. A los cuerpos de agua tales como lagos, lagunas o embalses, el agua de escurrimiento llega tanto por la misma superficie como por los ríos.

La composición de las aguas de los ríos está condicionada, principalmente pero no exclusivamente, por los aportes de sustancias que entrega el cauce.

Propiedades químicas de aguas fluviales duras y blandas

| Componente | Aguas calcáreas (duras) | Aguas ígneas (blandas) |
|------------|-------------------------------------|---|
| SDT | muchos | pocos |
| pH | 7 - 9 | 6 - 8 |
| Cationes | Ca ²⁺ , Mg ²⁺ | Na ⁺ , K ⁺ , Mg ²⁺ |

| | | |
|---------------------|-------------------------------|--|
| Aniones | HCO ₃ ⁻ | HCO ₃ ⁻ , HSiO ₃ ⁻ |
| Sólidos suspendidos | ninguno | arcillas |

Aguas de lagos

La mayoría de los lagos reciben sus aguas de los ríos, lluvias y subsuelo. La composición química del agua de los lagos no sólo se debe al tipo de agua que los alimenta, sino que también a los cambios de composición que ocurre durante el período de residencia del agua, tiempo en el cual se puede producir la decantación de sólidos suspendidos, la aglomeración de partículas finas de carácter orgánico y otros fenómenos. Debido a que los lagos suelen ser más profundos que los ríos, se hace más difícil la restitución del oxígeno disuelto desde la atmósfera.

Agua estancada.

El agua transporta la materia de tres modos: por arrastre, por suspensión o por disolución. Como materias en suspensión se denominan a las partículas insolubles presentes en el agua. Las partículas que están en suspensión según su tamaño pueden formar suspensiones estables, llamadas soluciones coloidales, o bien, estar en suspensión sólo cuando el agua está en movimiento. Se pueden determinar filtrando un volumen determinado de agua y pesando lo que queda en el filtro. Por otro lado, la turbidez es un fenómeno óptico producido por partículas en suspensión que absorben la luz que incide sobre el agua.

El agua pura tiene una conductividad eléctrica muy débil, mientras que el agua natural será más conductora cuanto mayor cantidad de cationes y aniones tenga disueltos, hasta llegar a una cantidad límite en la que por más que aumenten la conductividad no varía. El valor de la conductividad varía con la temperatura, de tal modo que al subir la temperatura la conductividad aumenta. (4)

Agua de pozo

Es el agua extraída de una fuente de formación de rocas.

Agua destilada

Es el agua purificada que ha sido evaporada y luego condensada en la cual se eliminan materiales tóxicos e inorgánicos rechazados por nuestras células y tejidos del cuerpo.

Agua purificada

Se distingue por un sabor marcadamente distinto limpio debido a que los contaminante, los sólidos y el cloro son reducidos significativamente en el proceso de purificación.

Tratamientos para potabilizar las Aguas Naturales

El agua natural puede someterse a diferentes tratamientos que van desde un simple bombeo hasta toda una cadena compleja en la que las etapas principales son:

- El pretratamiento que consiste en filtrado, desarenado y sedimentación de lodos.
- La precloración para impedir que se forme plancton y ciertas bacterias en las tuberías.
- La coagulación que consiste en coagular los coloides por neutralización de sus cargas eléctricas. Los principales coagulantes son a base de aluminio (sulfato de aluminio, polímeros de aluminio) o de hierro (sulfato y cloruro férrico).
- La floculación que consiste en formar un precipitado aglomerando las partículas neutralizadas por coagulación permite la clarificación. Los principales floculantes son la sílice activada y los alginatos.
- La decantación cuya finalidad es permitir el depósito de partículas en suspensión en el agua mediante el uso del lodo.
- La filtración sobre arena que permite eliminar los precipitados formados por decantación.
- La desinfección por acción de diferentes productos: cloro, dióxido de carbono, ozono o rayos ultravioleta.
- La filtración sobre carbón activado que garantiza la eliminación de la mayor parte de los contaminantes y microcontaminantes orgánicos, reduce al mínimo la concentración de metales pesados y elimina el cloro del agua. (4)

Particularidades de la potabilización del agua

Clarificación: La clarificación elimina la materia orgánica, turbidez y color del agua. Incluye esta operación a la coagulación, sedimentación y filtración.

Coagulación: Mediante esta operación se separan del agua las finísimas partículas que originan turbidez y color.

El coagulante casi universalmente utilizado es Sulfato de Aluminio. Mediante la adición de cantidades conocidas de una solución de esa sal, puede calcularse la cantidad necesaria para coagular las partículas en suspensión en una gran pileta.

Sedimentación: Cuando no es necesario utilizar coagulantes, se deja reposar el agua y por acción de la gravedad sedimentan en el fondo del recipiente todas las partículas en suspensión.

Decantación: Una vez logrado el coágulo por la adición de Sulfato de Aluminio, ésta es la etapa siguiente. Un decantador consiste en un recipiente generalmente rectangular con un volumen suficiente como para permitir que el agua permanezca el tiempo necesario para que los coágulos se depositen en el fondo, formando lo que comúnmente se denominan barros. Posteriormente el agua limpia se elimina por la parte superior del recipiente.

Filtración: Al igual que en la operación de laboratorio, la filtración en gran escala consiste en separar un sólido de un líquido por un método físico.

El agua límpida conserva aún algunos materiales en suspensión y es necesario filtrarla para producir una clarificación completa.

Filtro lento de arena: éste sistema, fue el primero en utilizarse a gran escala. Consiste en un lecho de arena que descansa sobre uno de grava. El agua ingresa por la parte superior y se filtra lentamente por la arena fina, operación que se acelera cuando llega a la grava, por la que atraviesa más rápidamente.

Desinfección: Aunque la carga microbiana puede haber quedado retenida en el filtro de arena fina, es necesario desinfectar el agua.

A partir de la cloración de las aguas, se han podido controlar la mayoría de las enfermedades de transmisión hídrica como el cólera y las disenterías bacterianas.

El desinfectante utilizado casi universalmente es el gas Cloro, pudiéndose utilizar también el método de la ozonización.(4)

La medida de la concentración de Cloro activo residual en el final de la línea de provisión (grifo domiciliario), garantiza la correcta desinfección del agua. El ministerio de salud (MINSA) estipula un mínimo de 0,30-0.60 mg/L (o ppm.) de Cloro.

3.2 Análisis de riesgos e implementación de control de puntos críticos (ARICPC).

El **ARICPC** es una herramienta de trabajo usada para proteger el alimento contra riesgo microbiológicos físico y químicos.

Esta diseñado para minimizar los riesgo y garantizar la seguridad de lo alimentos, es un sistema para controlar la seguridad de los alimentos.

Un documento o plan **ARICPC** debe contar:

- ❖ Una descripción precisa del producto.
- ❖ Una descripción del tipo de empaque.
- ❖ El uso final del producto.
- ❖ El consumidor hacia quien va dirigido.
- ❖ Tiempo de vida útil.
- ❖ Recomendaciones de almacenamiento.

El plan ARICPC consta con 7 principios:

1.-Evaluación de riesgo o peligro y medidas preventivas: Listar los posibles agentes de riesgo o peligro ya sea un peligro biológico, físico, químico y las medidas a tomar para cada posible riesgo.

2.-Identificación de los PCC: Se hace un análisis de cada etapa del proceso utilizando el árbol de decisiones para decidir si la etapa debe ser tomada como PCC o no.

3.-Establecimiento de límites críticos para cada PCC: Son parámetros tomados de normas y recomendaciones de organismo oficiales (Codex Alimentarius y Comité Nacional Asesor de Criterio Microbiológico para los Alimentos (NACMCF)) de bibliografía especializada de experto y de estudios experimentales.

4.-Establecimiento de sistema de monitoreo de los PCC: Es el proceso del que depende el operador para mantener el control en un PCC. También documenta que los productos se produjeron de acuerdo a los requisitos del plan **ARICPC**. Los procedimientos de monitoreo se utilizan para determinar si las medidas preventivas se han aplicado y si se está cumpliendo con los límites críticos. Procedimiento de monitoreo: ¿Qué?, ¿Cómo?, Frecuencia, ¿Quién?

5.-Establecimiento de acciones correctivas: Son procedimientos a seguir cuando ocurre una desviación o un fallo en el cumplimiento de un límite crítico. Estas acciones correctivas deben señalar los procedimientos para restablecer el control del proceso y determinar la disposición segura del producto aceptado. Opciones para las acciones correctivas:

- ❖ Aislar y retener el producto para evaluar la inocuidad.
- ❖ Desviar el producto o los ingredientes afectados o a otra línea donde la desviación no se considera crítica.
- ❖ Reprocesar.
- ❖ Rechazar la materia prima.
- ❖ Destruir el producto.

6.-Establecimiento de un sistema de verificación: La verificación es la aplicación de métodos, procedimiento, prueba o auditoria, al monitoreo para validar y determinar si se cumple con el plan o/y **ARICPC** el plan necesita modificación, La verificación es uno de los principios más complejo porque contiene varios elementos asociados como validación (ocurre antes que el plan sea implementado) y auditoria. El propósito de la validación es proveer evidencias objetivas que todos los elementos esenciales de plan tiene bases científicas y represente un enfoque válido para controlar los peligros de la inocuidad asociado con un producto o proceso específico.

7.-Establecimiento de sistema de registro y documentación: Los registros precisos y exactos son parte esencial de un programa **ARICPC** exitoso, los registros proveen documentación de que se han cumplido los límites críticos o se ha tomado la acción correctiva apropiada cuando se exceden los límites. Tipos de registros:

- ❖ El plan y la **ARICPC** documentación de apoyo para desarrollar el plan.
- ❖ Registro de monitoreo de PCC.
- ❖ Registro de acción correctiva.
- ❖ Registro de actividad de verificación. (13)

3.3 Validación

Concepto: Probar que un proceso cumple con lo que se espera del mismo.

Para esto debe generarse evidencia documentada que provea un alto grado de certeza de que un proceso específico genera consistentemente un producto que alcanza una calidad predeterminada. Enfatiza, además en las pruebas (análisis) utilizadas para efectos de control en el diseño y la operación del proceso.

La definición de la OMS establece que este es un acto documentado de demostrar que cualquier procedimiento, proceso, equipo, material, actividad o sistema realmente conduce a los resultados. Para validar un proceso tecnológico a validar se requiere de

Descripción del proceso mediante el Flujo tecnológico, Identificación de puntos críticos de control, técnicas analíticas fisicoquímicas y microbiológicas

Normas del producto que permitan comparar los resultados analíticos tanto nacional como internacional.

Importancia de la validación

Es una herramienta de mejoramiento continuo de la calidad en la manufactura de alimento o productos destinados para el consumo humano donde se involucra recursos humano que pueden cometer errores si no se controlan

Beneficios de la validación

- ❖ Aumenta productividad.
- ❖ Reducción en rechazos y reproceso.
- ❖ Disminución de quejas de los clientes.
- ❖ Investigaciones más rápidas y precisas sobre desviaciones del proceso.
- ❖ Reducción de pruebas en proceso y producto terminado.
- ❖ Facilidad en proceso de escalamiento.
- ❖ Mantiene actualizada la información de los sistemas.
- ❖ Más económico validar que las acciones correctivas.

Normas que fijan la validación de los procesos.

- ❖ **ISO 9000:** Confirmación y aporte de evidencia objetiva de que se han cumplido los requisitos particulares para un uso específico previsto.
- ❖ **ISO 9001: Validación de los Procesos:**
 - “La organización debe validar cualquier proceso en el cual la salida resultante no pueda ser verificada por medio de una medición o seguimiento posterior”.
 - “La validación debe demostrar la capacidad de los procesos para alcanzar los resultados planificados”.(14)

Pasos que tienen que considerar la organización para iniciar la validación (ciclo de vida del producto).

Diseño

- ❖ ¿Que se supone que hará el sistema y como lo hará?
- ❖ Todo proyecto o sistema nace con un problema y la necesidad de solucionarlo.
- ❖ Definir el problema.
- ❖ Considerar varias soluciones.
- ❖ Seleccionar la mejor solución.
- ❖ Representar esquemáticamente la idea (diagramas de flujo).
- ❖ Desarrollar los detalles requeridos para cumplir los objetivos.

Pruebas

- ❖ ¿Está el sistema conforme con el diseño y hace lo que debe hacer?
- ❖ Se ejecuta de acuerdo a un plan o protocolo.
- ❖ Pruebas ≠ Validación
- ❖ Las pruebas por sí solas no son evidencia de aptitud del sistema.
- ❖ Diseño + Pruebas = Aseguramiento de la confianza requerida para poner el sistema en operación.

Mantenimiento (proceso)

- ❖ ¿Está el sistema desempeñándose de acuerdo a las expectativas?

- ❖ ¿Se requiere devolver a las otras dos etapas del ciclo por cambios en las condiciones o necesidades?
- ❖ La etapa más larga de la validación y al mismo tiempo la más abandonada.
- ❖ Los sistemas deben mantenerse en un estado de control.
- ❖ El mismo equipo responsable del Diseño y las pruebas debe participar en el Mantenimiento del sistema.
- ❖ Los sistemas validados requieren evaluación continua:
 - Revisión de datos obtenidos en puntos críticos.
 - Repetición de pruebas (Revalidación).
 - Sistema de Control de Cambios: evaluar necesidades de:
 - Actualizar diseños.
 - Realizar pruebas adicionales
 - Documentación y comunicación de cambios
 - Mantenimiento de equipos.
 - Calibración de instrumentos.

Documentación de la validación

- ❖ Plan Maestro de Validaciones
- ❖ Protocolos de Validación
- ❖ Hojas de Datos y Registros
- ❖ Reportes de Validación

Plan maestro de validaciones / objetivos

- ❖ Familiarización con el proyecto/entrenamiento.
- ❖ Introducción gerencial.
- ❖ Justificación del programa de validación.
- ❖ Procedimientos básicos.
- ❖ Criterios de aceptación básicos y desarrollo de protocolos.
- ❖ Programación y planificación.

Contenido del plan maestro

- ❖ Introducción (Alcance).
- ❖ Descripción de instalaciones.
- ❖ Descripción de los procesos.
- ❖ Consideraciones de control de proceso.
- ❖ Definición de sistemas a validar.
- ❖ Fundamentos de los protocolos y criterios de aceptación.
- ❖ Formatos.
- ❖ Procedimientos Estándar de Operación.
- ❖ Programación y Planificación.

Descripción de las instalaciones

- ❖ Breve descripción de las áreas.
- ❖ Disposición de los equipos (Lay Out).
- ❖ Flujos de personal / materiales / productos.
- ❖ Clasificación de áreas y ambientes controlados.
- ❖ Materiales de construcción.
- ❖ Planos y Diagramas de servicios y tuberías.

Descripción de los procesos

- ❖ Pasos principales de los procesos.
- ❖ Diagramas de flujo de proceso.
- ❖ Descripción de los sistemas de apoyo (breve):
 - Aire acondicionado y ventilación
 - Sistemas de agua.
 - Gases comprimidos.
- ❖ Descripción de los equipos de proceso.

Control de proceso

- ❖ Distribución del sistema de control central (control de sistemas de apoyo).
- ❖ Sistemas de control individual de equipos / PLC's.
- ❖ Sistemas de automatización de la planta.
- ❖ Controles al producto en proceso y terminado.

Información de sistemas a validar

- ❖ Listado de sistemas, equipos y procesos a validar.
- ❖ Criterios de aceptación generales.
- ❖ Resumen básico de protocolos.
- ❖ Criterios de aceptación de los ensayos.

Procedimientos y formatos

- ❖ Plantilla de los Protocolos.
- ❖ Plantillas de Procedimientos Estándar de Operación.
- ❖ Plantillas de Formatos y Reportes de Validación.
- ❖ Procedimientos básicos del programa:
 - Validaciones.
 - Calibraciones.
 - Control de Cambios.

Planificación

- ❖ Recursos Humanos del Programa.
- ❖ Programación, orden y fecha de las actividades.
- ❖ Responsables de:
 - Preparación de documentos.
 - Ejecuciones de campo.
 - Calibraciones.
 - Análisis de laboratorio.

Contenido del protocolo de validación

- ❖ Introducción
 - Objetivo del protocolo.
 - Explicación de la localización del sistema.
- ❖ Descripción del sistema o proceso
 - P&ID's (Process and Instrumentation Drawings).
 - Listados de componentes y/o piezas.
- ❖ Responsabilidades
 - Funciones de cada departamento en el esfuerzo de validación.
- ❖ Descripción de las pruebas a realizar
 - Evaluación del equipo (IQ/OQ).
 - Sistema de muestreo.
 - Análisis que deben efectuarse.
- ❖ Criterios de Aceptación
 - Criterios para evaluar IQ, OQ y PQ.
 - Control de Cambios
- ❖ Formatos para registro y reporte de datos
 - Hojas de Datos.
 - Listas de Chequeo.

Contenido del reporte de validación

- ❖ Resumen.
- ❖ Descripción del ensayo realizado.
- ❖ Tablas de datos y análisis de laboratorio.
- ❖ Resultados.
- ❖ Conclusiones.
- ❖ Referencia del protocolo.
- ❖ Diagramas y planos del sistema y del diseño experimental.
- ❖ Firmas de revisión y aprobación.

Etapas de la validación

- ❖ Calificación de la Instalación (IQ).

- ❖ Calificación de la Operación (OQ).
- ❖ Calificación del Desempeño (PQ).

Calificación de la instalación (IQ)

- ❖ Responde a las preguntas:
 - ¿Qué es el sistema?
 - ¿Cómo y dónde está documentado?
 - ¿Fue construido e instalado correctamente?
- ❖ Requiere alta interrelación entre el área de ingeniería y Validaciones.
- ❖ En algunas ocasiones puede ser realizada por contratistas.

En el IQ se documenta que:

- ❖ El sistema / equipo está instalado de acuerdo con el diseño aprobado, las especificaciones y las exigencias de los entes regulatorios.
- ❖ Las recomendaciones de instalación del fabricante del sistema fueron tomadas en cuenta.
- ❖ Exista toda la documentación requerida para:
 - Certificar la correcta instalación del sistema.
 - Operar, mantener y limpiar el sistema.
 - Certificar la existencia de todas las piezas, controles e instrumentos requeridos en la operación.
- ❖ En el IQ son claves los documentos de Ingeniería, dibujos y especificaciones.

Calificación de la operación (OQ)

- ❖ Responde las preguntas:
 - ¿Opera el sistema de acuerdo a sus especificaciones operacionales?
 - ¿Funcionan todas las conexiones requeridas para la operación del sistema?
- ❖ Normalmente es realizado por Ingeniería.
- ❖ Se realiza luego de que el equipo ha sido puesto en marcha y aprobada su instalación.
- ❖ En el OQ se documenta que:
 - El sistema puede operar según su diseño e intención.
 - Es capaz de operar repetitivamente dentro de todo el rango de las variables del proceso.
 - La instrumentación del sistema está calibrada
- ❖ En la OQ se opera el sistema para compararlo contra las especificaciones operacionales. Generalmente no se hace con producto sino con placebos o agua.
- ❖ Es la última oportunidad de conocer el sistema antes de comprometerlo en Producción.

Calificación del desempeño (PQ)

- ❖ Es la validación del proceso como tal.

- ❖ Tiene como objetivos:
 - Determinar las variables críticas a controlar y sus valores aceptables en cada etapa del proceso.
 - Demostrar confiabilidad y consistencia del proceso.
 - Confirmar el cumplimiento de las especificaciones del producto terminado en todos los rangos de operación del sistema.

Tipos de validación de proceso (PQ)

- ❖ Validación del Desarrollo.
- ❖ Validación Prospectiva.
- ❖ Validación Concurrente.
- ❖ Validación Retrospectiva.

El tipo de Validación ideal es la Prospectiva, pero en algún momento hay que utilizar una de las otras.

Validación retrospectiva

- ❖ Estudio estadístico de resultados históricos.
- ❖ De gran utilidad para procesos antiguos realizados dentro de especificaciones por largo tiempo.

Ventajas de la Validación Retrospectiva

- ❖ No requiere muestreos ni pruebas adicionales.
- ❖ No se interrumpe la producción.
- ❖ Los procesos se validan rápidamente.
- ❖ Acceso a mucha información en literatura para los análisis estadísticos.

Desventajas de la Validación Retrospectiva

- ❖ Sólo se pueden manejar datos numéricos.
- ❖ Se utilizan únicamente datos históricos y no los datos actuales.
- ❖ Se pueden presentar problemas en los análisis estadísticos de los datos.
- ❖ No siempre se cuenta con la información suficiente para certificar la ausencia de cambios en el proceso.
- ❖ Puede resultar más costoso de los que parece.

Validación del desarrollo

- ❖ Es el establecimiento de los parámetros de proceso durante la fase de desarrollo del producto.
 - Variables críticas a controlar.
 - Valores aceptables de las variables.
 - Calidad del producto terminado.
- ❖ Se realiza en la etapa de lotes piloto y en el proceso de escalamiento.

Validación prospectiva

- ❖ Se realiza antes de fabricar lotes comerciales del producto.
- ❖ Consiste en fabricar varios lotes (normalmente 3) a escala de producción para demostrar consistencia y confiabilidad en los resultados.

Validación concurrente

- ❖ Se realiza durante la fabricación de los lotes comerciales del producto.
- ❖ Consiste en realizar un muestreo extenso en lotes normales de producción (normalmente 3) para obtener suficientes datos que demuestren confiabilidad en el proceso.

Validación del método analítico - parámetros

¿Qué es la validación de las técnicas analíticas?

Definición: Proceso por el cual se establece mediante estudios de laboratorio que las características de desempeño del método analítico cumple los requerimientos para la aplicación analítica propuesta.

- ❖ Piedra angular de la fase de pruebas de la validación de procesos.
- ❖ Suministra resultados analíticos altamente confiables.
- ❖ Requiere validación de:
 - Equipos (IQ/OQ).
 - Método Analítico. (7)

Calidad del agua.

Para tener éxito en el control de calidad de las aguas, es necesario conocer las propiedades del agua susceptibles al cambio, en las diversas formas en que esta existe en la tierra y como la usa el hombre. Por lo tanto, se examina el agua para identificar sus propiedades sobresalientes y, en caso necesario, modificar sus características.

Procedimientos de control de calidad del agua

Determinación de pH

Generalidades

El pH indica la medida de la concentración de los cationes hidronios, libres en el agua. En función de las sustancias presentes y de su afinidad por los Hidrógenos, el agua tendrá un pH u otro. El pH del agua en su estado natural de los ríos está entre 6,5 y 8.

Aplicación

El método es aplicable a aguas potables, superficiales, y salinas, aguas residuales domésticas e industriales y lluvia ácida.

Principios

El principio básico de la medida electrométrica del pH se fundamenta en el registro potenciométrico de la actividad de los iones hidrógeno por el uso de un electrodo de vidrio y un electrodo de referencia, o un electrodo combinado. La fuerza electromotriz (fem) producida por el sistema electroquímico varía linealmente con el pH y puede verificarse por la obtención de una gráfica de pH vs. Fem para diferentes soluciones de pH conocido. El pH de la muestra se determina por interpolación.

Interferencias

El electrodo de vidrio está libre de interferencias debidas a color, turbidez, material coloidal, oxidantes, reductores o alta salinidad, excepto para interferencias del ion sodio en soluciones de pH mayor de 10; este error se reduce con la utilización de electrodos especiales (“error bajo de sodio, low sodium error”).

Las capas de materiales aceitosos presentes en algunos tipos de aguas pueden disminuir la respuesta del electrodo..

Las mediciones de pH varían con la temperatura en dos formas: por efectos mecánicos causados por cambios en las propiedades de los electrodos y por efectos químicos producidos por alteración de las constantes de equilibrio.

Reportar siempre la temperatura a la cual se mide el pH. La mayoría de los instrumentos de medida del pH están equipados con compensadores de temperatura que corrigen los errores del primer tipo, pero la medición sólo puede mostrar el pH a la temperatura de la medida.

Determinación de la conductividad eléctrica

Generalidades

La conductividad eléctrica, se define como la capacidad que tienen las sales inorgánicas en solución (electrolitos) para conducir la corriente eléctrica.

El agua pura, prácticamente no conduce la corriente, sin embargo el agua con sales disueltas conduce la corriente eléctrica. Los iones cargados positiva y negativamente son los que conducen la corriente, y la cantidad conducida dependerá del número de iones presentes y de su movilidad.

En la mayoría de las soluciones acuosas, entre mayor sea la cantidad de sales disueltas, mayor será la conductividad, este efecto continúa hasta que la solución está tan llena de iones que se restringe la libertad de movimiento y la conductividad puede disminuir en lugar de aumentar, dándose casos de dos diferentes concentraciones con la misma conductividad. (8).

Todos los valores de conductividad están referidos a una temperatura de referencia de 25 ° C.

Valores de conductividad de algunas muestras típicas

| Temperatura de la muestra 25 ° C | Conductividad, μS/cm |
|---|---------------------------------|
| Agua ultrapura | 0.05 |
| Agua de alimentación a calderas | 1 a 5 |
| Agua potable | 50 a 100 |
| Agua de mar | 53,000 |
| 5 % NaOH | 223,000 |
| 50 % NaOH | 150,000 |
| 10 % HCl | 700,000 |
| 32 % de HCl | 700,000 |
| 31 % HNO ₃ | 865,000 |

Algunas sustancias se ionizan en forma más completa que otras y por lo mismo conducen mejor la corriente. Cada ácido, base o sal tienen su curva característica de concentración contra conductividad.

Son buenos conductores: los ácidos, bases y sales inorgánicas: HCl, NaOH, NaCl, Na₂CO₃etc.

Son malos conductores: Las moléculas de sustancias orgánicas que por la naturaleza de sus enlaces son no iónicas: como la sacarosa, el benceno, los hidrocarburos, los carbohidratos.... etc, estas sustancias, no se ionizan en el agua y por lo tanto no conducen la corriente eléctrica.

Un aumento en la temperatura, disminuye la viscosidad del agua y permite que los iones se muevan más rápidamente, conduciendo más electricidad. Este efecto de la temperatura es diferente para cada ión, pero típicamente para soluciones acuosas diluidas, la conductividad varía de 1 a 4 % por cada ° C.

Conociendo estos factores, la medición de la conductividad nos permite tener una idea muy aproximada de la cantidad de sales disueltas.

Campo de aplicación

Este método de prueba es aplicable a la detección de impurezas y en algunos casos a la medición cuantitativa de los constituyentes iónicos disueltos presentes en el agua:

- Verificación de la pureza del agua destilada y desionizada.
- Verificar en forma rápida la variación del contenido de sales disueltas en aguas superficiales, de uso doméstico e industrial.
- Analizar cuantitativamente los sólidos totales disueltos en una muestra de agua. Esto se puede obtener, multiplicando el valor de la conductividad por un factor de correlación empírico que puede variar de 0.5 a 0.9, dependiendo de los componentes solubles y la temperatura de la muestra. Este factor se puede determinar mediante análisis comparativos de sólidos disueltos totales por evaporación y determinaciones del valor de la conductividad correspondiente. Este factor de correlación solo es válido cuando la muestra tiene un pH entre 5 y 8 a valores mayores o menores del pH, los resultados no serán confiables.

Principios

La conductividad eléctrica es el recíproco de la resistencia a-c en ohms, medida entre las caras opuestas de un cubo de 1.0 cm de una solución acuosa a una temperatura especificada. Esta solución se comporta como un conductor eléctrico donde se pueden aplicar las leyes físicas de la resistencia eléctrica.

Las unidades de la conductividad eléctrica son el Siemens/cm (las unidades antiguas, eran los mhos/cm que son numéricamente equivalentes al S/cm).

En la práctica no se mide la conductividad entre electrodos de 1 cm³ sino con electrodos de diferente tamaño, rectangulares o cilíndricos, por lo que al hacer la medición, en lugar de la conductividad, se mide la conductancia, la cual al ser multiplicada por una constante (k) de cada celda en particular, se transforma en la conductividad en S/cm.

$$\text{Conductividad} = \text{Conductancia de la muestra} * k$$
$$k = d/A$$

k: Constante de la celda

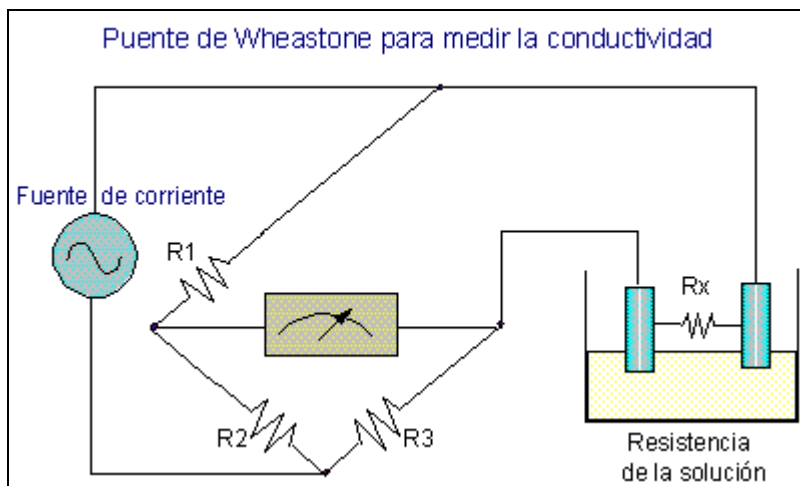
d: distancia de la separación de los electrodos

A: Área de los electrodos

Así, un electrodo de 1 cm de separación y con area de 1 cm , tendrá una k = 1

La medición eléctrica se efectúa mediante un puente de Wheastone para medir resistencias.

Las resistencias R1 y R2 son fijas y su valor va de acuerdo al intervalo de conductividad que se pretende medir. La resistencia Rx es la que proporciona la solución a la cual se le va a medir la conductividad. La resistencia R3 se varía en forma continua hasta poner en equilibrio el puente, de tal forma que no pase corriente hacia el medidor.



Interferencias

- La exposición de la muestra al aire atmosférico, puede causar cambios en la conductividad, debido a pérdida o ganancia de gases disueltos, en especial el CO₂. Esto es especialmente importante para aguas de alta pureza, con concentraciones bajas de gases y sustancias ionizables. *Para evitar esto se debe tener una atmósfera inerte de nitrógeno o helio sobre la muestra.*
- Sustancias no disueltas o materiales que precipiten lentamente en la muestra, pueden causar ensuciamiento en la superficie de los electrodos y causar lecturas erróneas.
- El ensuciamiento por sustancias orgánicas, bioensuciamientos y corrosión de los electrodos, causan lecturas inestables o erróneas.
- El factor de correlación para obtener los valores cuantitativos de los sólidos totales disueltos solo es válido cuando la muestra tiene un pH entre 5 y 8, a valores mayores o menores de pH, los resultados no serán confiables. Se tendrá que ajustar el valor del pH a cerca de 7.0 utilizando un ácido o una base débil según sea necesario.

Determinación de carbonatos y bicarbonatos (alcalinidad)

Generalidades

La alcalinidad en el agua tanto natural como tratada, usualmente es causada por la presencia de iones carbonatos ($\text{CO}_3^{=}$) y bicarbonatos (HCO_3^-), asociados con los cationes Na^+ , K^+ , Ca^{+2} y Mg^{+2} .

La alcalinidad se determina por titulación de la muestra con una solución valorada de un ácido fuerte como el HCl, mediante dos puntos sucesivos de equivalencia, indicados ya sea por medios potenciométricos o por medio del cambio de color utilizando dos indicadores ácido-base adecuado.

Campo de aplicación

Este método, es aplicable para la determinación de la alcalinidad de carbonatos y bicarbonatos, en aguas naturales, domésticas, industriales y residuales. La medición de la alcalinidad, sirve para fijar los parámetros del tratamiento químico del agua, así como ayudarnos al control de la corrosión y la incrustación en los sistemas que utilizan agua como materia prima o en su proceso.

Principios

En este método, la alcalinidad se determina por titulación de la muestra con una solución valorada de un ácido fuerte como el HCl, mediante dos puntos sucesivos de equivalencia, indicados por medio del cambio de color de dos indicadores ácido-base adecuados.

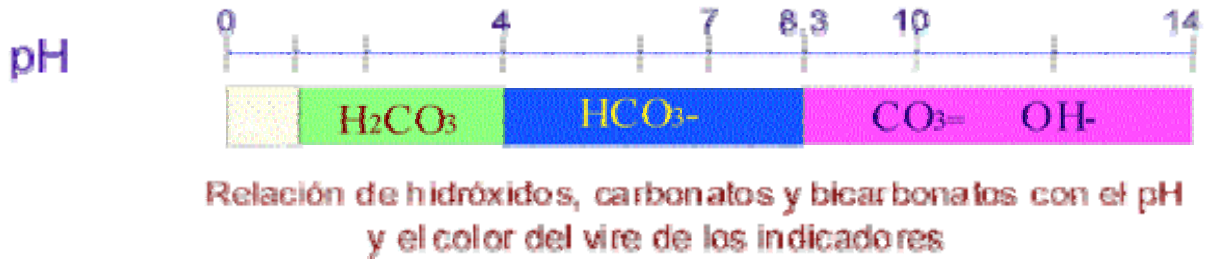
$\text{CO}_3\text{-HCO}_3$ y $\text{HCO}_3\text{-H}_2\text{CO}_3$

Cuando se le agrega a la muestra de agua **indicador de fenolftaleína y aparece un color rosa**, esto indica que la muestra tiene un pH mayor que 8.3 y es indicativo de la presencia de carbonatos.

Se procede a titular con HCl valorado, hasta que el **color rosa vire a incoloro, con esto, se titula la mitad del $\text{CO}_3^{=}$** .

En enseguida se agregan unas gotas de **indicador de azul bromofenol, apareciendo una coloración azul** y se continúa titulando con HCl hasta la **aparición de una coloración verde. Con esto, se titula los bicarbonatos (HCO_3^-) y la mitad restante de los carbonatos ($\text{CO}_3^{=}$).**

Si las muestras de agua tienen un pH menor que 8.3 la titulación se lleva a cabo en una sola etapa. Se agregan unas gotas de indicador de azul de bromofenol, apareciendo una coloración azul y se procede a titular con solución de HCl hasta la aparición de **un color verde con eso se titula los HCO_3^-** .



Interferencias

El color de la muestra, alta concentración de cloro y la formación de precipitados al titular la muestra, interfieren, ya que pueden enmascarar el cambio de color del indicador.

Determinación de color escala PT-CO

Generalidades

Usualmente cuando se examina el agua, las primeras propiedades que se suelen considerar son las siguientes: color, sabor y olor, características inherentes a ella.

Considerando la primera de ellas, el color: el agua de uso doméstico e industrial tiene como parámetro de aceptación la de ser incolora, pero en la actualidad, gran cantidad del agua disponible se encuentra colorida y se tiene el problema de que no puede ser utilizada hasta que no se le trata removiendo dicha coloración.

Las aguas superficiales pueden estar coloridas debido a la presencia de iones metálicos naturales (hierro y manganeso), humus, materia orgánica y contaminantes domésticos e industriales como en el caso de las industrias de papel, curtido y textil; esta última causa coloración por medio de los desechos de teñido los cuales imparten colores en una amplia variedad y son fácilmente reconocidos y rastreados.

El color que en el agua produce la materia suspendida y disuelta, se le denomina "Color aparente", una vez eliminado el material suspendido, el color remanente se le conoce como "Color verdadero" siendo este último el que se mide en esta determinación.

El análisis debe de llevarse a cabo en un lapso no mayor de 24 hrs.

Campo de aplicación

Este método es aplicable a la totalidad de las muestras de agua potable. Aguas contaminadas con ciertos desechos industriales, pueden producir colores poco usuales, que no pueden ser igualados por las soluciones de comparación utilizadas en este método.

Esta determinación es muy importante en agua de abastecimiento doméstico por razones de higiene y salud.

Para aguas industriales, la importancia es por razones económicas. Ya que existen gran cantidad de industrias en cuyos procesos requieren agua perfectamente limpia y clara, por lo que, las aguas con color necesitan un tratamiento especial para su eliminación.

Se recomienda que para las aguas de uso doméstico no excedan de 20 unidades de color en la escala platino cobalto.

Principios

Para la determinación de color en el agua existen dos métodos:

Por comparación visual de la muestra con soluciones coloridas de concentraciones conocidas o discos de cristal de color calibrados previamente con las soluciones anteriores. La unidad para medición del color que se usa como estándar, es el color que produce 1 mg/l de Platino en la forma de cloroplatinato. La relación de cobalto a platino, se puede variar para igualar el matiz. La proporción Pt-Co que se utiliza en este método es normalmente la adecuada para la mayoría de las muestras.

El color puede cambiar con el pH de la muestra, por lo que es necesario, que al medir el color, se reporte también el pH de la muestra.

En caso necesario la muestra se centrifuga para eliminar la turbidez. La comparación se realiza con las soluciones que tengan colores de 5, 10, y hasta 70 unidades contenidas en tubos nessler.

Existe también el método espectrofotométrico, el cual se usa principalmente en aguas industriales contaminadas que tienen colores poco usuales, y que no pueden ser igualados por este método. (Standard methods for the examination of water and waste water publicado por la APHA. Método 206/9-85. Método espectrofotométrico para determinar color en el agua 1985).

Interferencias

La causa principal de interferencias en el color del agua es la turbiedad, la cuál produce un color aparente más alto que el color verdadero.

Para eliminar la turbidez, se recomienda la centrifugación, la filtración no se debe usar, ya que puede eliminar algo del color verdadero además de la turbidez.

Análisis de dureza total por titulación con EDTA

Generalidades.

La dureza es una característica química del agua que esta determinada por el contenido de carbonatos, bicarbonatos, cloruros, sulfatos y ocasionalmente nitratos de calcio y magnesio.

La dureza es indeseable en algunos procesos, tales como el lavado doméstico e industrial, provocando que se consuma más jabón, al producirse sales Insolubles. En calderas y sistemas enfriados por agua, se producen incrustaciones en las tuberías y una pérdida en la eficiencia de la transferencia de calor. Además le da un sabor indeseable al agua potable. Grandes cantidades de dureza son indeseables por razones antes expuestas y debe ser removida antes de que el agua tenga uso apropiado para las industrias de bebidas, lavanderías, acabados metálicos, teñido y textiles.

La mayoría de los suministros de agua potable tienen un promedio de 250 mg/l de dureza.

Niveles superiores a 500 mg/l son indesables para uso doméstico.

La dureza es caracterizada comúnmente por el contenido de calcio y magnesio y expresada como carbonato de calcio equivalente.

Existen dos tipos de dureza:

Dureza Temporal: Esta determinada por el contenido de carbonatos y bicarbonatos de calcio y magnesio. Puede ser eliminada por ebullición del agua y posterior eliminación de precipitados formados por filtración, también se le conoce como "Dureza de Carbonatos".

Dureza Permanente: está determinada por todas las sales de calcio y magnesio excepto carbonatos y bicarbonatos. No puede ser eliminada por ebullición del agua y también se le conoce como "Dureza de No carbonatos".

Interpretación de la Dureza:

| <u>Dureza como CaCO₃</u> | <u>Interpretación</u> |
|-------------------------------------|-----------------------|
| 0-75 | agua suave |
| 75-150 | agua poco dura |
| 150-300 | agua dura |
| > 300 | agua muy dura |

En agua potable: El límite máximo permisible es de 300 mg/l de dureza.

En agua para calderas: El límite es de 0 mg/l de dureza.

Campo de aplicación

El análisis de la dureza total en muestras de aguas es utilizado en al industria de bebidas, lavandería, fabricación de detergentes, acabados metálicos, teñido y textiles. Además en el agua potable, agua para calderas, etc.

Principios

Este método esta basado en la cuantificación de los iones calcio y magnesio por titulación con el EDTA y su posterior conversión a Dureza Total expresada como CaCO_3 .

Interferencias

En la tabla se encuentran la lista de la mayor parte de las sustancias que interfieren. Sí existen más de una sustancia interferentes, los límites dados en la tabla pueden variar. La turbidez se elimina por filtración.

| <u>Interferencias</u> | <u>Con. Máx. sin interferir</u> |
|-----------------------|---------------------------------|
| Aluminio----- | 20 ppm |
| Cadmio----- | * |
| Cobalto----- | 100 ppm |
| Cobre----- | 50 ppm |
| Fierro (+2)----- | 50 ppm |
| Plomo----- | * |
| Manganeso----- | 1 ppm |
| Níquel----- | 100 ppm |
| Zinc----- | * |
| Polifosfatos----- | 10 ppm |

Determinación del cloro residual por el método de la ortotolidina –arsenito

Generalidades

En el curso de la desinfección del agua, el cloro esta presente en forma de ácido hipocloroso o de hipoclorito, o de una mezcla de los dos (se expresan como cloro libre).En presencia de amoniaco y de productos orgánicos .se forman las cloraminas que se expresan como compuesto clorados.

Este método permite diferenciar el cloro combinado y el cloro residual libre y además efectuar las determinaciones en presencia de sustancias interferentes como los

nitritos y los compuestos de hierro o manganeso. El cloro libre reacciona inmediatamente con la ortotolidina, mientras que el combinado reacciona lentamente.

En condiciones de tiempo bien determinadas y siguiendo un orden establecido, la adición de la ortotolidina y de los reductores a las aguas que contienen cloro y derivados clorados, da una coloración amarilla que permite determinar, además del cloro residual total, el cloro residual libre y el combinado.

Procedimientos Microbiológicos

Generalidades:

La presencia de coliformes Totales y Fecales en el agua es signo determinante de contaminación la cual resulta un inconveniente en el procesamiento ya que al proliferar, podría causar intoxicaciones.

Este método permite conocer la calidad sanitaria del agua a través de medios de cultivos.

Normas que fijan la calidad de las aguas potables (purificadas)

Las Normas de potabilización de las aguas en vigor son múltiples en el mundo y sus niveles de referencia son sensiblemente diferentes. Como ejemplo se pueden citar:

- Norma técnica obligatoria nicaragüense
- Codex alimentarius.

IV. METODOLOGÍA

La metodología seleccionada para realización de este estudio, permitió establecer los procedimientos que se requieren para validar el proceso tecnológico en la obtención del agua purificada, realizando una revisión bibliográfica a través de libros, manuales, normas e Internet con el fin de obtener información que respalde los temas investigados sobre:

Programa de Análisis de Riesgo, Identificación y Control de Puntos Críticos. Donde se procedió a elaborar formatos de descripción del producto, descripción del proceso, análisis de riesgo, definición de puntos críticos de control definidos y acciones correctivas.

Implementación de un plan maestro de validación, se especificaron los requerimientos de una planta purificadora, que involucra la calificación de la instalación, la operación y desempeño.

Manual de Procedimientos para determinar la calidad del agua describe las técnicas físico-químicas y microbiológicas como la Determinación de pH, Conductividad Eléctrica, Alcalinidad, Color Pt-Co, Dureza y Cloro residual, determinación E.coli total y E.coli fecal).

Normas de agua purificada permiten conocer los parámetros de calidad del producto como: la Norma Técnica Obligatoria Nicaragüense y la Norma del Codex sobre la obtención de agua purificada.

Se realizó la visita a una microempresa purificadora de agua en la ciudad de Chinandega para conocer la descripción del proceso de obtención del agua purificada.

V. RESULTADOS

5.1 EN EL PRIMER RESULTADO SE PRESENTAN LOS FORMATOS SOBRE UN PROGRAMA DE ANÁLISIS DE RIESGOS E IDENTIFICACION DE CONTROL DE PUNTOS CRÍTICOS (ARICPC) EN LA ELABORACIÓN DE AGUA PURIFICADA.

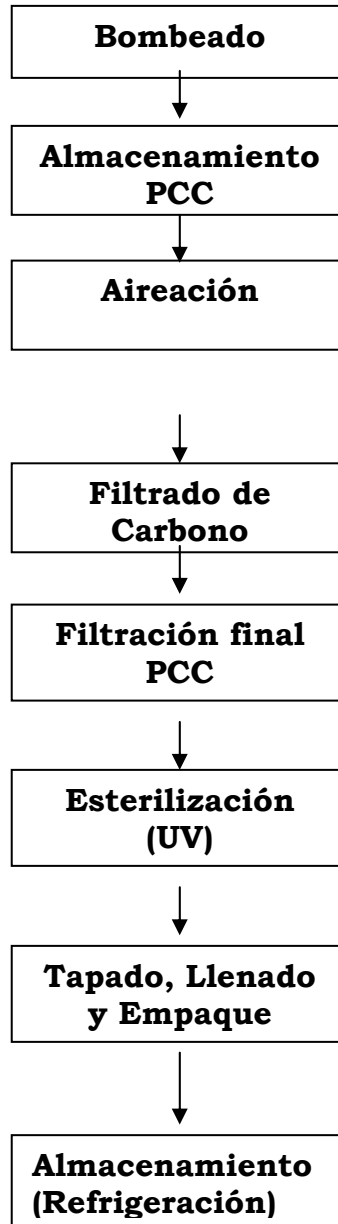
La implementación de Programas de Análisis de Riesgos, Identificación y Control de Puntos Críticos aplicado a procesos de purificación de agua con lleva a las siguientes etapas:

1. Formar un equipo de Análisis de Riesgos, Identificación y Control de Puntos Críticos.
2. Describir el producto y su distribución.
3. Identificar el uso del producto por los consumidores.
4. Elaborar el diagrama de flujo.
5. Verificar el diagrama de flujo:
 - A. Enumerar los riesgos asociados con cada operación del proceso y las medidas preventivos para controlar los riesgos.
 - B. Identificar en cada operación del proceso los puntos críticos de control.
 - C. Establecer el procedimiento de monitoreo para cada punto crítico de control.
 - D. Establecer acciones correctivas.
 - E. Establecer procedimientos de registro y documentación de la aplicación del método ARICPC.
 - F. Verificar el método ARICPC.

Su implementación requiere de una metodología perfectamente definida que incluya flujogramas del proceso, árboles de decisiones, formatos de registro y hojas de evaluación.

La etapa inicial para que la aplicación del método funcione adecuadamente, es la que lleve al entendimiento y difusión del concepto de responsabilidad compartida por todos y cada uno de los trabajadores de la empresa, en lugar de delegarla al departamento de control de calidad.

Flujo grama de obtención de agua purificada



Descripción del producto

| Nombre del producto | Agua cristalina |
|--|---|
| Descripción | Agua potable debidamente purificada con ayuda de filtros y esterilización UV. |
| Característica físico-química y microbiológico | Dureza 36 ppm, alcalinidad 60ppm, cloro residual 0 ppm, color incoloro, olor inodoro, sabor insípido, meso filos aerobios hasta 10 UFC /ml, coliformes totales 0 UFC / ml, coliformes fecales 0 UFC / ml. |
| Uso del producto para el consumidor | Alimenticio |
| Característica del envase | Plástico de 250 ml, 1 lt. |
| Caducidad | 30 días |
| Comercialización | Directo a casa, abarrotes, restaurante y publico en general. |
| Etiquetado | Etiqueta plastificada con nombre, razón social, domicilio y especificaciones establecidas en la norma correspondiente. |
| Tapón | Plástico natural con grabado al alto relieve |

Descripción del proceso

| Operación | Descripción |
|---------------------|--|
| Bombeado | El tanque de almacenamiento es alimentado directamente del sistema de agua potable. El material contaminante coloidal y suspendido en el agua es removido añadiendo coagulantes químicos (coagulación). |
| Almacenamiento | Después de ser almacenado por mucho tiempo, uno puede notar que el color y las bacterias comienzan a reducirse. Algunas sustancias suspendidas son separadas por un proceso de sedimentación. |
| Aireación | Luego, el agua es bombeada hacia el tanque liberador de aire (aireación). El aire liberado incrementa la separación de algunos químicos no necesarios y también reduce los olores causados por la materia orgánica descompuesta y los microorganismos. |
| Filtrado de carbono | Luego, el agua es pasada a través de un filtro de carbón activado (clarificación). Este proceso es actualmente uno de los métodos más seguros para purificar el agua de beber y el agua mineral. El carbón activado absorbe la mayoría de contaminantes disueltos en el agua. El mecanismo de absorción del agua a través del carbón activado es el <i>Van der Waal's</i> de fuerza de atracción electrostática entre el absorbente y el absorbido. El agua purificada a través de este proceso también mejora su olor y su sabor. |
| Filtrado final | El filtro de cartucho es usado frecuentemente como un filtrado final seguro a fin de eliminar cualquier sustancia libre que haya podido escapar desde los tratamientos anteriores. Los cartuchos pueden ser producidos de papel doblado o planos hechos de celulosa o fibras de asbesto. Las partículas extremadamente finas de sólo unos cuantos micrones son removidas a través de este tratamiento. |
| Esterilización (UV) | El agua tratada es descargada dentro del sistema de irradiación ultravioleta para su esterilización. Este proceso destruye cualquier bacteria o microorganismo productora de enfermedades que puede existir en el agua, así su producción es más higiénica y segura. |
| | El agua es bombeada hacia la máquina llenadora |

| | |
|---------------------------|---|
| Llenado, tapado y empaque | (envasado). La máquina llenadora de alta velocidad, sella y pone la fecha a las cajas de cartón automáticamente. |
| Almacenamiento | Las cajas de cartón selladas son colocadas en el almacén de refrigeración por medio de una correa transportadora donde permanecerán hasta su comercialización (almacenamiento). |

El equipo debe enumerar todos los riesgos biológicos, físicos o químicos que puedan darse en cada operación del proceso y necesita describir las medidas preventivas necesarias para evitar desviaciones.

En este punto se determinan las medidas preventivas para cada riesgo identificado.

Análisis de riesgos

| Etapas | Riesgos | Medidas preventivas |
|------------------------------|---|--|
| Bombeado | Biológico = no Físico = no Químico = no | Ninguna |
| Almacenamiento | Biológico = si Físico = no Químico = si | Adicionar la cantidad de cloro estipulada para agua de consumo humano. |
| Aireación | Biológico = no Físico = no Químico = no | Ninguna |
| Filtro de carbón | Biológico = no Físico = si Químico = no | Cambiar el filtro según especificaciones de fabricante. |
| Filtro final | Biológico = si Físico = si Químico = no | Cambiar el filtro periódicamente. |
| Esterilización (UV) | Biológico = no Físico = no Químico = no | Ninguno |
| Llenado de botella / empaque | Biológico = no Físico = no Químico = no | Ninguno |
| Almacenamiento | Biológico = no Físico = no Químico = no | Ninguno |

De acuerdo con el proceso deben darse las especificaciones que rigen cada operación que se designó como Punto Crítico de Control.

Un Punto Crítico de Control (PCC) es cualquier operación del proceso en donde la pérdida de control puede generar un riesgo de contaminación en el producto, que afecte la salud del consumidor.

Definición de puntos críticos

| Etapa | Riesgo | PCC | Justificación |
|------------------|----------------------|-----|--|
| Almacenamiento | Químico Biológico | Si | Puede alcanzar niveles en la cual ponga en riesgo la inocuidad del producto. No existe etapa posterior que elimine el riesgo. |
| Filtración final | Físico Biológico | Si | Presencia de materia extrañas y sólidos totales. Alta carga microbiana |

La Comisión Internacional para Especificaciones de Alimentos (ICMSF) recomendó, en 1988, que sean establecidos 2 tipos de puntos críticos de control:

Punto Crítico de Control 1 (PCC): Es la operación donde se efectúa un control completo del riesgo y es eliminado en esa etapa en particular.

Punto Crítico de Control 2 (PCC2): Es la operación donde se lleva a cabo un control parcial, por lo que solo es posible reducir la magnitud del riesgo.

Puntos críticos de control definidos

| ETAPA DEL PROCESO | TIPO DE PCC | RIESGOS | CARACTERÍSTICAS A CONTROLAR | ESPECIFICACIONES | MONITOREO | MEDIDAS PREVENTIVAS Y CORRECTIVAS | REGISTRO DEL PCC |
|------------------------|-------------|--------------------------|--|--|---|---|--|
| Almacenamiento inicial | PCC1 | Químico Biológico | Sabor y olor Concentración de cloro y tiempo de contacto | Característica del producto 5 ppm y mínimo 30 min. de contacto | Análisis sensorial del producto terminado, cada lote Determinación de la concentración de cloro | Concentración de cloro que no altere las características sensoriales del producto. Dar el tiempo especificado para que el cloro ejerza su acción bactericida. Adicionar cloro en caso de faltar | Registro de la concentración de cloro residual y del análisis sensorial Registro de la concentración de cloro y del tiempo de contacto en el agua |
| Filtración | PCC2 | Biológico Físico | Aumento de la carga microbiana Materia extraña y sólidos totales elevados | Mesófilos aerobios menores a 25 UFC/ml Aumento de materia extraña y máximo 500 mg / l | Análisis cada 6 meses a la salida del filtro Realizar el control de los sólidos totales, tomando la muestra a la salida del filtro | Realizar retrolavado a los filtros. Cambiar la arena y grava cuando se requiera. Cambio de cartuchos alternos Observar el número de producto terminado en la selección del producto | Registro de los resultados de los análisis Registro de los retrolavados de filtros. Registro del cambio de arenas y grava. Registro de los resultados de los análisis |

El monitoreo es la observación de manera programada de un Punto Crítico de Control con relación a las especificaciones establecidas; este monitoreo debe ser

capaz de detectar una pérdida del control de las etapas del proceso que son Puntos Críticos de Control.

Lo adecuado sería que el monitoreo fuera de manera continua. Dado que esto no siempre es posible, se recomienda que la frecuencia de la vigilancia sea suficiente, de tal forma que garantice que el Punto Crítico de Control se encuentre “bajo control”.

Los procedimientos de monitoreo de Puntos Críticos de Control deben realizarse con rapidez y, por lo tanto, se recomienda que los análisis que se realicen sean rápidos.

Generalmente se prefieren las mediciones fisicoquímicas a los ensayos microbiológicos, porque la interpretación de los primeros suele indicar, indirectamente, el control microbiológico del producto.

Se recomienda utilizar los siguientes tipos de monitoreo:

- a) Observaciones visuales (turbidez del agua).
- b) Análisis físicos
- c) Análisis químicos
- d) Análisis microbiológicos

Se deben establecer acciones correctivas a fin de aplicarse si ocurre una desviación en un Punto Crítico de Control; son especificaciones para cada uno y deben asegurar su control.

Si los resultados obtenidos a partir del monitoreo indican que existe una tendencia hacia los límites establecidos en el Punto Crítico de Control, deben aplicarse las acciones correctivas encaminadas a mantener nuevamente el proceso bajo control antes de que la desviación de lugar a que se origine un riesgo que afecte la calidad sanitaria del producto.

| Acciones correctivas | | |
|---|-----------------------------|--|
| Características a controlar | Especificaciones | Monitoreo |
| Concentración de cloro a la salida del filtro | 0.20 ppm de cloro residual. | Prueba rápida para cloro residual a la salida del filtro |
| Sólidos presentes a la salida de la filtración final. | Cero sólidos presentes | Prueba visual a la salida del filtro. |

La elaboración de hojas de control permite visualizar en forma integral el análisis de riesgos. Se debe especificar ampliamente cada etapa del proceso.

Todas las actividades que se lleven a cabo durante la aplicación del método deben registrarse en una bitácora. De esta manera se tendrá un historial del producto que se elabore. Así mismo se deben implementar hojas de control.

Hoja de control

FECHA: _____ LOTE: _____ RESPONSABLE: _____

| ETAPA DEL PROCESO | PCC | RIESGOS | ESPECIFICACIONES | PROCEDIMIENTOS DE VERIFICACION | ACCIONES CORRECTIVAS |
|-------------------|-----|---------|------------------|--------------------------------|----------------------|
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

Requisitos para el cumplimiento del plan ARICPC.

- 1) Revisión del plan ARICPC periódicamente, verificando que este de acuerdo con el diseño original o si se requiere de modificaciones para su adecuación.
 - 2) Revisión de los procedimientos para el registro de los Puntos Críticos de Control.
 - 3) Revisión de las desviaciones en el proceso y destino del producto elaborado, cuando sucediera una desviación.
 - 4) Inspección de las operaciones designadas como Punto Crítico de Control.
 - 5) Toma de muestras para análisis básicos, dejando siempre su correspondiente muestra testigo.
 - 6) Revisión de las especificaciones para verificar que los riesgos están adecuadamente controlados.
 - 7) Revisión de los archivos con registros escritos de las verificaciones que certifiquen el cumplimiento del plan ARICPC.
 - 8) Validación del plan ARICPC, incluyendo la revisión en el sitio donde se llevan a cabo las operaciones así como la verificación de los diagramas de flujo y los Puntos Críticos de Control.
 - 9) Revisión de modificaciones al plan originalmente diseñado.
- Las verificaciones deben ser conducidas de la siguiente manera:

- 1) Rutinariamente y sin anuncio para asegurar que se tienen bajo control las operaciones designadas como Puntos Críticos de Control.
- 2) Cuando se conoce nueva información que pudiera afectar directamente la seguridad del producto.
- 3) Para verificar que los cambios han sido implementados correctamente, después de que el plan ARICPC ha sido modificado.

Los reportes de las verificaciones deben incluir información acerca de:

- 1) Existencia del plan ARICPC y del equipo que lo conforma, para administrar y adaptar el plan.
- 2) El estado de los registros asociados con el monitoreo de los Puntos Críticos de Control.
- 3) El monitoreo directo de las especificaciones establecidas en las operaciones designadas como Puntos Críticos de Control, durante el proceso.
- 4) La seguridad de que el equipo que se utiliza en el monitoreo está calibrado y funciona adecuadamente.
- 5) Las desviaciones y acciones correctivas tomadas.
- 6) Las modificaciones realizadas al plan ARICPC.
- 7) Los reportes del entrenamiento de personas responsables para el monitoreo de los Puntos Críticos de Control.

5.2 COMPONENTES DE UN PLAN MAESTRO DE VALIDACIÓN

Requerimientos de validación de una planta de fabricación de agua purificada.

| ASPECTO | ACTIVIDADES A REALIZAR | | |
|---------------------------|------------------------|----|----|
| | IQ | OQ | PQ |
| Instalaciones | X | | |
| Sistemas de Apoyo Crítico | X | X | X |
| Equipos | X | X | |
| Procesos | | | X |

Validación de sistemas de tratamiento de agua

Calificación de la instalación IQ

- ❖ Revisión de instalación y especificaciones de equipos y diseño:
 - Bombas, tanques, lámparas UV, tuberías, válvulas.
 - Sistemas de purificación y/o desionización: resinas de intercambio, osmosis inversa, electrodesionización.
- ❖ Prueba de rugosidad de soldaduras en tuberías.
- ❖ Ausencia de puntos muertos en tuberías.
- ❖ Pasivación de tuberías y tanques.
- ❖ Revisión de existencia de planos.
- ❖ Revisión de existencia de Procedimientos de Operación, Limpieza, Desinfección y

Calificación de la operación OQ

- ❖ Cantidad de Producción de Agua (L/min.).
- ❖ Flujo y velocidad del agua.
- ❖ Mínimo 5 pies/seg. (flujo turbulento)
- ❖ Número de Reynolds ≥ 20000
- ❖ $Re = \rho \times v \times l / \mu$
- ❖ ρ - Densidad v- Velocidad
- ❖ l- diámetro tubería μ - Viscosidad del fluido
- ❖ Calibración de instrumentos de medición.
- ❖ Operación enfriador / calentador.
- ❖ Operación electroválvulas, alarmas y controles.
- ❖ Mantenimiento Preventivo.

Calificación del desempeño PQ

- ❖ Muestreo y análisis fisicoquímico y microbiológico en puntos de uso y después de componentes críticos del sistema.
 - Fase Liberación (15 días): Diario.
 - Fase 1 (4 meses): 3 veces por semana.
 - Fase 2 (4 meses): 2 veces por semana.
- ❖ Criterios de Aceptación:
 - Puntos de uso: Cumplir Especificaciones Fisicoquímicas y microbiológicas según el tipo de agua.
 - Sistema: correlacionar variaciones y tendencias con frecuencias de tareas de mantenimiento, limpieza y desinfección. (8)

Mantenimiento de la validación

- ❖ Muestreo Fase 3: seleccionar frecuencia y puntos a monitorear según análisis de datos de fases anteriores.
- ❖ Bitácora del sistema:
 - Registro de condiciones de operación (variables críticas): presiones, flujos, temperaturas.
 - Registro de actividades de aseo, desinfección y mantenimiento.
- ❖ Correlacionar resultados de análisis con condiciones de operación y fechas de operaciones de aseo, desinfección y mantenimiento.

Validación de equipos

- ❖ Calificación de la Instalación IQ.
- ❖ Calificación de la Operación OQ.
- ❖ Procedimientos estándar de Operación, Limpieza y Mantenimiento.
- ❖ Catálogos y registros de mantenimiento preventivo y correctivo.
- ❖ Listado de repuestos.
- ❖ Calibración de instrumentos de medición.

Validación de procesos (PQ)

- ❖ Calificación del Desempeño.
- ❖ Determinar las variables críticas a controlar y sus valores aceptables en cada etapa del proceso.
- ❖ Demostrar confiabilidad y consistencia del proceso.
- ❖ Confirmar el cumplimiento de las especificaciones del producto terminado en todos los rangos de operación del sistema.

❖ **Aspectos a tener en cuenta en validación de procesos**

- Equipos
 - a. IQ
 - b. OQ
- Materiales
 - a. Calidad de materias primas.
- Proceso
 - a. Variables del proceso.

Flujo de validación de procesos

Requisitos previos del flujo de validación de procesos

- ❖ Lista de Chequeo de IQ/OQ de equipos a utilizar.
- ❖ Lista de Chequeo de Certificación de Materias Primas a utilizar.
- ❖ Reportes de Validación de las Técnicas analíticas a emplear en ensayos.
- ❖ Lista de chequeo de capacitación de operarios en POE claves.

Actividades del Flujo de Validación de Procesos

- ❖ Modificar condiciones de operación (variables críticas) hacia límites aceptables y evaluar efecto en el producto.
- ❖ Método del peor caso (worst case).
- ❖ Hoja de datos de condiciones de operación del proceso reales v/s teóricas.
- ❖ Muestreo y análisis.
 - Toma de muestras durante todo el proceso.
 - Alto número de muestras.
 - Realizar análisis de las características del producto afectadas por el proceso.

Reporte en el Flujo de Validación de Procesos

- ❖ Tabulación de datos de análisis de producto y comparación con Criterios de Aceptación.
 - Lotes fabricados en diferentes días.
 - Variables críticas del proceso siempre dentro de límites.
 - Variables del producto terminado siempre dentro de especificaciones.
 - Análisis estadístico de datos.
 - Mínimo “3” lotes consecutivos satisfactorios.

Conclusiones (flujo de validación de procesos)

- ❖ Proceso validado (Bajo Control)
 - Recopilación de datos y organización de archivo.
 - Definición de variables críticas a controlar de rutina.
 - Control de cambios.
- ❖ Proceso no validado (Fuera de Control)
 - Detectar exactamente causa de la falla antes de repetir cualquier ensayo.
 - Investigar operación de equipos, calidad de materias primas.
 - Analizar posibilidad de revisar límites de las variables críticas del proceso.

Integrantes del grupo de validaciones

- ❖ Coordinador de Validaciones
 - Elabora Plan Maestro de Validaciones.
 - Elabora Protocolos y Reportes de Validación.
 - Coordina las actividades de las otras áreas.
 - Participa en IQ-OQ.
 - Supervisa proceso de fabricación de lotes de validación.
- ❖ Ingeniería y Mantenimiento
 - IQ – OQ.
 - Elaboración de procedimientos estándar de operación y mantenimiento de equipos y sistemas.
- ❖ Producción
 - Participa en validación de procesos.
 - Capacitación/Validación de procesos.
 - Capacitación/procedimientos estándar de operación y limpieza de equipos
- ❖ Control de Calidad
 - Análisis de muestras durante la validación del proceso.
- ❖ Metrología
 - Calibración de instrumentos de los equipos y sistemas y los empleados en los ensayos.
- ❖ Investigación y Desarrollo
 - Define variables críticas a controlar y los rangos aceptables (rango normal).
- ❖ Gerencia
 - Políticas y lineamientos (alcance).
 - Asignación de recursos.
 - Reporte de ahorros generados.
- ❖ Mantenimiento, Producción, Control de Calidad, I&D y Gerencia deben revisar y aprobar:
 - Plan Maestro.
 - Protocolos y Reportes.

Mantenimiento de validación

- ❖ Etapa operacional del ciclo de vida.
- ❖ Etapa más larga y más importante.
- ❖ Es la etapa en la que se produce el producto.
- ❖ Responsabilidad de todo el grupo de validaciones.
- ❖ Alto énfasis en la calificación y aspectos del equipo.

Actividades del Mantenimiento de la Validación

- ❖ Programa de calibraciones.
- ❖ Programa de Control de Cambios.
- ❖ Bitácoras y hojas de vida de equipos.
- ❖ Programa de mantenimiento preventivo.
- ❖ Revisiones de IQ/OQ.
- ❖ Revalidaciones.
- ❖ Control Estadístico de Procesos (CEP).

Programa de calibraciones

- ❖ Definir variables críticas del proceso
 - Efecto en calidad.
 - Efecto en rendimiento.
 - Efecto en seguridad de la operación.
- ❖ Procedimientos de calibración
 - Normas generales de calibración.
 - Calibración de cada tipo de instrumentos.
 - Criterios de aceptación de calibración.
 - Frecuencia de recalibración.
 - Reportes de calibración.
 - Manejo de instrumentos descalibrados.
- ❖ Trazabilidad
 - Recalibración de estándares.

Control de cambios

Cambios Planeados

- ❖ Proponer el cambio y documentar razones.
- ❖ Obtener aprobación del cambio propuesto.
- ❖ Determinar necesidad de validar el proceso con el cambio.
- ❖ Implementar el cambio.
- ❖ Ejecutar y reportar pruebas de validación.
- ❖ Actualizar diagramas, Procedimientos Estándar y registros.

Cambios no planeados

- ❖ Sólo para salvar el producto en proceso.
- ❖ Colocar en cuarentena producto pendiente de evaluación del cambio.
- ❖ Documentar el cambio.
- ❖ Determinar necesidad de validar el cambio.
- ❖ Realizar pruebas de validación si son necesarias.
- ❖ Aprobar o rechazar producto en cuarentena.
- ❖ Actualizar diagramas y procedimientos si es necesario.

Revisión de IQ-OQ/Mantenimiento/Hojas de vida

- ❖ Hoja de vida de equipos críticos.
- ❖ Listado e inventario de repuestos clave.
- ❖ Registros de mantenimiento preventivo y correctivo.
- ❖ Control de cambios.
- ❖ Bitácoras de condiciones de operación del equipo / sistema.

Revalidaciones

- ❖ Repetición de los ensayos de validación.
 - Rutinarias
Asegurar mantenimiento bajo control del proceso.
Normalmente menos extensa que la validación inicial.
Una sola corrida (lote).
 - Por Control de Cambios
Cambio de uno de los componentes críticos de la formulación.
Cambio o reemplazo de una pieza crítica en un sistema o equipo.
Cambio en instalaciones.
Cambio en tamaño de lote de fabricación.
Unidades producidas fuera de especificaciones en lotes consecutivos.

Control estadístico de procesos

- ❖ Cartas de control en proceso.
 - Variables críticas.
 - Rango normal de operación.
- ❖ Estudios de capacidad de proceso.

Capacidad de proceso

- ❖ Medida de la uniformidad y eficiencia de un proceso determinada por la variabilidad.
- ❖ Mide proporción de unidades que cumplen especificaciones.
- ❖ Está dada por 6 desviaciones estándar del proceso (dispersión del proceso).
- ❖ Fórmulas relacionadas:
 - LES – LIE
 - LCS - LCI
 - LES – LIE – Límites Superior e Inferior de Especificación.
 - LCS – LCI – Límites Superior e Inferior del Proceso Bajo Control.
 - $C_p > 1,3$ se consideran adecuados.

5.3 PRESENTACIÓN DEL MANUAL DE PROCEDIMIENTOS DE CONTROL DE CALIDAD DEL AGUA

ÍNDICE

| CONTENIDO | PÁG. |
|---|-------------|
| 5.3.1 Introducción | 52 |
| 5.3.2 Manejo preliminar de la muestra | 53 |
| 5.3.3 Procedimiento de análisis físico químico | 54 |
| Determinación de pH | |
| Determinación de la conductividad. | |
| Determinación de carbonatos y bicarbonatos (alcalinidad). | |
| Determinación de color Escala Pt-Co. | |
| Análisis de Dureza total por titulación con EDTA. | |
| Determinación de cloro residual por el método de Ortotolidina-Arsenito. | |
| 5.3.4 Procedimiento microbiológico | 68 |
| Coliformes totales | |
| Coliformes Fecales | |
| 5.3.5 Parámetros a validar de un Método Analítico | 71 |

5.3.1 Introducción

El agua en forma natural se puede usar muy pocas veces para el consumo humano e industria. Por lo tanto requiere de procedimientos analíticos que determinen las características físico-químicas y microbiológicas del agua de consumo.

El presente manual es una propuesta que tiene como objetivo describir los procedimientos y técnicas de control de calidad que se aplican al agua purificada, proporcionando consistentemente un producto que cumpla con las exigencias de los clientes y garantice su inocuidad y características propias.

5.3.2 Manejo preliminar de la muestra

Toma de muestra para análisis químico

La muestra de agua debe ser lo mas representativa posible del total del liquido a analizar. Se debe recoger en un recipiente perfectamente limpio y para un examen de potabilidad se recomienda la extracción de por lo menos 1,5 L.

Cuando se tome Cloro activo residual, éste se efectuará de ser posible de inmediato. Si el período de extracción ha sido demasiado largo, el valor puede variar.

Para la toma de una muestra de agua de red se abrirá el grifo y dejara que el agua corra por lo menos durante 5 minutos de manera de tener purgada toda la cañería que llega desde el tanque.

Características físicas

Ya en el laboratorio se tomará nota de todas las características físicas del agua como ser:

Aspecto: Este puede ser límpido, opalescente (lechoso), levemente turbio, o coloreado de algún tono en particular.

Sedimentos: Se observa en un recipiente con un diámetro aproximado de 10 c ó en un "Cono de Imhoff". Puede o no contener. Si los contuviera, se recomienda observar microscópicamente el sedimento.

Caracteres organolépticos: En este punto se describirán el color, sabor y olor de la muestra.(5)

5.3.3. Procedimientos de análisis físico químico.

Determinación de pH

Equipo

El instrumento de medida del pH está constituido por un potenciómetro, un electrodo de vidrio, un electrodo de referencia y un mecanismo compensador de temperatura; cuando se sumergen los electrodos en la solución problema se completa el circuito.

Electrodo de referencia

Electrodo de vidrio.

Vasos. Usar preferiblemente vasos de polietileno o de tetrafluoroetileno (TFE, teflón).

Agitador. Usar un agitador magnético con barra agitadora recubierta de TFE o un agitador mecánico con hélice recubierta en plástico.

Reactivos

Preparación General. Calibrar el sistema de electrodos con soluciones tampón estándar de pH conocido. Debido a que las soluciones tampón se pueden deteriorar como resultado del crecimiento de mohos o por contaminación, es necesario prepararlas frescas para trabajos de precisión.

El agua destilada, hervida y fría debe tener una conductividad menor de 2 $\mu\text{mhos/cm}$. A 50 ml agregar una gota de la solución saturada de KCl para usar en el electrodo de referencia. Si el pH de esta solución de prueba está entre 6,0 y 7,0, se puede usar para preparar las soluciones estándar.

Para preparar las soluciones estándar, consultar en el "Standard Methods" las condiciones de temperatura, tiempo, precauciones de secado de los reactivos y los pH de las soluciones tampón estándar a temperaturas diferentes de 25° C.

Solución saturada de tartrato ácido de potasio.

Solución saturada de hidróxido de calcio.

Soluciones auxiliares: NaOH 0,1N; HCl 0,1N; HCl 5N

Preparación de soluciones estándar de pH

| Solución estándar (Molalidad) | pH a 25 ° C | Peso de reactivos necesarios / 1000 ml de solución acuosa a 25 ° C. |
|--|-------------|---|
| Estándares Primarios: | | |
| Tartrato ácido de potasio (saturado a 25°C) | 3,557 | > 7 g $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6^*$ |
| Citrato diácido de potasio 0,05 | 3,776 | 11,41 g $\text{KH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ |
| Biftalato de potasio 0,05 | 4,004 | 10,12 g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ |
| Fosfato diácido de potasio 0,025 + fosfato ácido de sodio 0,025 | 6,863 | 3,387 g KH_2PO_4 + 3,533 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4^{**}$ |
| Fosfato diácido de potasio 0,008 695 + fosfato ácido de sodio 0,030 43 | 7,415 | 1,179 g KH_2PO_4 + 4,303 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4^*$ |
| Borato de sodio decahidratado (bórax) 0,01 | 9,183 | 3,80 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}^{**}$ |
| Bicarbonato de sodio 0,025 + carbonato de sodio 0,025 | 10,014 | 2,092 g NaHCO_3 + 2,640 g Na_2CO_3 |
| Estándares Secundarios : | | |
| Tetraoxalato de potasio dihidratado 0,05 | 1,679 | 12,61 g $\text{KH}_3\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ |
| Hidróxido de calcio (saturado a 25°C) | 12,454 | > 2 g $\text{Ca}(\text{OH})_2^*$ |

Determinación de la conductividad eléctrica

Equipo

Conductímetro manual o automático que se base en un puente de Wheastone para medir la conductividad o la conductancia de la muestra. Deberá tener corrección automática o manual para la temperatura Ya que las lecturas se refieren a 25 ° C. La lectura puede ser analógica o digital.

Celdas del tipo de inmersión de constante de celda de acuerdo con el circuito del aparato. Es necesario leer el instructivo de operación del equipo.



Material

Termómetro de 0 a 110 ° C.

Vaso de precipitado de forma larga, de 100ml

Reactivos

Alcohol etílico del 95 % (Para el lavado de los electrodos).

Agua destilada ultra pura, especificación ASTM D1193 Tipo I.

Cloruro de potasio: de 100 % +/- 0.1 de pureza. Secarlo a 150 ° C durante 2 horas, guardarlo en un desecador.

Solución estándar (1) de cloruro de potasio KCl: Disolver 0.7440 g de KCl en agua destilada ASTM tipo I y diluir a 1 litro. Esta solución tiene una conductividad de 1408.8 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Solución estándar (2) de cloruro de potasio KCl: Diluir 100 ml de la solución estándar (1) a 1000 ml en un matraz aforado y a 20 ° C. Esta solución tiene una conductividad específica de 146.9 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Estandarización

Para verificar el estado general del conductímetro, se deben hacer mediciones de la conductividad de las soluciones estándar 1 y 2 y en su caso calibrar la lectura del instrumento a que den los valores especificados.

Procedimiento

Ya que hay un gran número de marcas y modelos de conductímetros en el mercado, para un detallado procedimiento habrá que referirse al manual de manejo del instrumento que se este usando.

Después de escoger la celda de la constante adecuada, observe los siguientes pasos para obtener resultados exactos y repetitivos:

1. La celda deberá estar limpia antes de hacer cualquier medición.
2. La celda debe de estar suspendida en la solución de tal manera, que los orificios de venteo estén sumergidos. La cámara del electrodo no debe tener aire entrampado (esto se logra inclinando ligeramente la celda y golpeando suavemente los lados).
3. La celda deberá estar separada de las paredes y el fondo del recipiente, por lo menos 0.5 cm.
4. Si es posible, el recipiente o el sistema en donde se va a hacer la medición deberá estar aislado del potencial de la tierra. Si no es posible, el medidor YSI modelo 32 deberá operarse sin conexión a tierra.
5. La presencia de campos eléctricos y corrientes espurias causadas por agitadores magnéticos, calentadores, etc., pueden causar dificultad para obtener lecturas adecuadas. El usuario deberá evaluar estos efectos y hacer las correcciones necesarias, utilizando cableado blindado o desconectándolos por un momento al hacer la lectura.
6. Manejar la celda con cuidado, para evitar que se rompa o que pierda su calibración.
7. La celda no se deberá transferir de una solución a otra, no sin antes lavarla cuidadosamente.
8. No guarde la celda sucia o contaminada.
9. No debe lavarse la celda con Agua regia, ya que esta disolverá la soldadura de oro que se utiliza en la construcción de las celdas del medidor YSI modelo 32.

Cálculos

Si el instrumento da lecturas en conductancia:

$$\text{Conductividad} = \text{Conductancia} * k$$

k = Constante de la celda

Si el instrumento da lecturas en conductancia, anotar el valor tal como se observa en la escala.

Para ambos casos el valor de la conductividad está en microSiemens/cm; referido a una temperatura de 25 ° C.

Precisión

Dentro del intervalo de 10 a 2,000 microSiemen/cm, la precisión es de +/- 0.2 % de escala completa. (4)

Determinación de carbonatos y bicarbonatos (alcalinidad)

-

Material

- Matraces volumétricos de 1000 ml.
- 2 Matraces volumétricos de 100 ml.
- 1 Cápsula de porcelana
- 1 Soporte con pinzas para bureta
- 1 Bureta de 25 ml.
- 1 Pipeta de 5 ml.
- 2 Gotero
- 2 Matraces Erlenmeyer de 125 ml.

Reactivos

Agua destilada:

Agua que cumpla la especificación ASTM D 1193 tipo I, además, deberá estar libre de CO₂ y tener un Ph a 25 °C entre 6.2 y 7.2

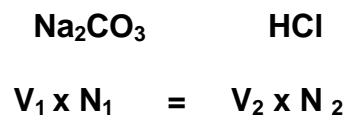
- Fenolftaleína (0.25%)
- Azul de bromofenol (0.04%).
- Solución de HCl 0.01N.
- Solución de Na₂CO₃ 0.01 N.

Estandarización

Valoración de la solución de HCl:

Colocar 15.0 ml de la solución de Na₂CO₃ 0.01N en un matraz Erlenmeyer de 125 ml. Y agregar 3 gotas de azul de bromofenol. La muestra adquiere un color azul, titular con solución de HCl hasta que aparezca un color verde.

Calcular la normalidad:



$$N_2 = \frac{V_1 \times N_1}{V_2}$$

Donde:

V_1 = Volumen de la solución de Na_2CO_3

N_1 = Normalidad de la solución de Na_2CO_3

V_2 = Volumen de la solución de HCl gastado en la titulación

N_2 = Normalidad de la solución de HCl

Procedimiento

Colocar 5 ml de muestra de agua en un matraz Erlenmeyer de 125 ml.

Agregar 3 gotas de indicador fenolftaleína al 0.25%

Si aparece un color rosa, titular con HCl 0.01N hasta un vire incoloro, si no aparece el color rosa, reportar carbonatos igual a cero.

Calcular CO_3^-

Agregar 3 gotas de azul de bromofenol 0.04% al mismo matraz apareciendo un color azul Continuar titulando con HCl 0.01N hasta la aparición de un color verde

Calcular HCO_3^-

Cálculos

$$\text{meq/l de CO}_3 = 2V \times N \times 1000/\text{ml. De muestra}$$

Dónde:

V = ml de HCl gastados

N = Normalidad del HCl usado

$$\text{meq/l de HCO}_3 = (T - 2V) \times N \times 1000/\text{ml. De muestra}$$

Dónde:

T = ml. De HCl gastado en las 2 titulaciones.

V = ml. Gastados en la primera titulación.

N = Normalidad del HCl

Precisión

Este método tiene una precisión de +/- 0.5 % (4)

Determinación de color escala PT-CO

Material

- 1 gradilla para tubos nessler.
- 14 tubos nessler forma alta, de 50 ml.
- 1 matraz volumétrico de 1 litro.

Reactivos

Solución patrón de 500 unidades de color.

Estandarización

En tubos Nessler prepare soluciones patrón de color de 5 a 70 unidades de color con ayuda de la siguiente tabla. Proteja las soluciones contra la evaporación y de los apores de amoníaco, pues su absorción aumenta el color.

Preparación de soluciones patrón de color

| | |
|---|--------------------------------------|
| ml de solución de 500 unidades diluida a 50 ml con agua destilada | Color en unidades de platino-cobalto |
|---|--------------------------------------|

| | |
|-----|----|
| 0.5 | 5 |
| 1.0 | 10 |
| 1.5 | 15 |
| 2.0 | 20 |
| 2.5 | 25 |
| 3.0 | 30 |
| 3.5 | 35 |
| 4.0 | 40 |
| 4.5 | 45 |
| 5.0 | 50 |
| 5.5 | 55 |
| 6.0 | 60 |
| 6.5 | 65 |
| 7.0 | 70 |

Procedimiento

Se centrifuga el agua si es necesario y posteriormente se observa el color de la muestra, llenando un tubo nessler hasta la marca de 50.0 ml y se procede a comparar con la serie de estándares contenidos en tubos nessler del mismo tamaño.

Se deberán ver los tubos, verticalmente hacia abajo. Se ilumina la parte inferior de los tubos, reflejando la luz por medio de una superficie blanca o especular.

Si el color de la muestra excede de 70 unidades, diluir la muestra con agua destilada en proporciones conocidas, hasta que su valor se encuentre en el ámbito de las soluciones patrón.

Al final multiplicar por el factor de dilución correspondiente.

Cálculos

Calcule las unidades de color utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{Unidades de color} = (A \times 50) / V$$

Anote también el valor del pH del agua.

Dónde:

A = unidades de color de la muestra diluida.

V = ml de muestra tomados para la dilución.

Anote los resultados de color en números enteros de acuerdo a la siguiente tabla:

| Unidades de color | Redondear al valor mas cercano a |
|--------------------------|---|
| 1 a 50 | 1 |
| 51 a 100 | 5 |
| 101 a 250 | 10 |
| 251 a 500 | 50 |

Precisión:

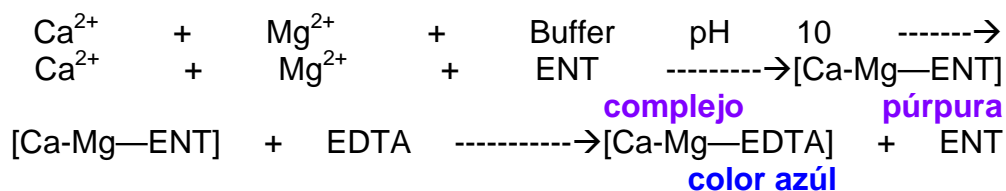
No se cuenta con información de la precisión de este método.(4)

Análisis de dureza total por titulación con EDTA

Procedimientos

La muestra de agua que contiene los iones calcio y magnesio se le añade el buffer de pH 10, posteriormente, se le agrega el indicador eriocromo negro T (ENT), que hace que se forme un complejo de color púrpura, enseguida se procede a titular con EDTA (sal disódica) hasta la aparición de un color azul .

Reacciones:



* Si están presentes son titulados como dureza.

Material

- 2 matraces volumétricos de 1000 ml
- 2 matraces volumétricos de 100 ml
- 1 cápsula de porcelana
- 1 soporte con pinzas para bureta
- 2 matraces erlenmayer de 125 ml
- 1 pipeta de 10 ml
- 2 frascos goteros de 100 ml

Reactivos

- Solución Buffer pH 10. Solución de Eriocromo Negro T.
- Solución De EDTA (sal disódica).
- Solución de CaCl_2 0.01 N

Estandarización

La estandarización del EDTA (sal disódica) se hace de la siguiente manera: colocar 5 ml de solución de CaCl_2 en un matraz Erlenmayer de 125 ml, se añaden 5 gotas de solución buffer de pH 10 y 3 gotas de indicador de Eriocromo negro T, aparece un color púrpura en presencia de iones de calcio y magnesio, y se procede

a titular con la solución de EDTA cuya normalidad se desea conocer, se termina hasta la aparición de un color azul.

La Normalidad del EDTA se calcula así:

$$N_2 = \frac{V_1 \times N_1}{V_2}$$

Donde:

N_2 = Normalidad del EDTA

V_1 = ml de solución de CaCl_2

N_1 = normalidad de la solución de CaCl_2 V_2 = ml gastados de EDTA.

Procedimiento

- Colocar 5 ml de la muestra de agua en un matraz erlenmayer de 125 ml
 - * Agregar 5 gotas de buffer pH 10
 - * Añadir 3 gotas de eriocromo negro T
 - * Titular con EDTA (sal disódica) 0.01 N
 - * Vire de púrpura a azul



Cálculos

$$\text{meq/l Ca}^{+2} \text{ y Mg}^{+2} = \frac{V \times N \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

Dónde :

V = ml gastados de EDTA

N = Normalidad del EDTA

Cálculos para Magnesio:

$$\text{meq/l Mg}^{+2} = [\text{meq/l (Ca}^{+2} \text{ y Mg}^{+2})] - (\text{meq/l Ca}^{+2})$$

Cálculos para Dureza Total : Expresada como ppm de CaCO₃

$$\text{mg/l de Dureza Total} = [\text{meq/l (Ca}^{+2} \text{ y Mg}^{+2})] * (50) \text{ como}$$

Cálculos para Dureza de Calcio : Expresada como ppm de CaCO₃

$$\text{mg/l Dureza de Calcio} = (\text{meq/l Ca}^{+2}) * (50)$$

Cálculos para Dureza de Magnesio : Expresada como ppm de CaCO₃

$$\text{mg/l Dureza de Magnesio} = (\text{meq/l Mg}^{+2}) * (50)$$

Precisión

Este método tiene un error relativo de 1.9% y una desviación estándar relativa de 9.2 %, tal como se determinaron en un estudio interlaboratorios.(2)

Determinación del cloro residual por el método de la ortotolidina –arsenito

Reactivos

Solución de ortotolidina al 0.1%
Solución tampón de $\text{Na}_2\text{HPO}_4/\text{KH}_2\text{PO}_4$ 0.5M
Solución tampón $\text{Na}_2\text{HPO}_4/\text{KH}_2\text{PO}_4$ 0.1M
Solución de $\text{K}_2\text{CrO}_4/\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
Solución de NaAsO_2 de 5gr/l

Calibración

En una serie de matraces aforados de 100 ml, numerados, añadir:

| Numeración | 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|--------------|------|------|------|
| Solución $\text{K}_2\text{CrO}_4/\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ | 10 | 25 | 50 | 100 |
| Solución tampón 0.1M | Hasta enrase | | | |
| Corresponde en mg/l de cloro | 0.10 | 0.25 | 0.50 | 1.00 |

Medir la absorbancia a 440 nm frente a la solución tampón 0.1M y construir la curva de calibración.

Procedimiento

Preparar una serie numerada de tubos de ensayo.

Tubo I: Introducir 1,00 ml de solución de ortotolidina y 20 ml de muestra. Agitar y rápidamente agregar 1,00 ml de solución de NaAsO_2 .

Agitar y medir rápidamente la absorbancia (AI) a 440nm frente a un blanco preparado previamente y que contiene 20 ml de muestra, 1 ml de solución de NaAsO_2 y 1 ml de agua destilada. La medida corresponde al cloro libre y a las sustancias interferentes.

Tubo II: Introducir 1,00 ml de solución de ortotolidina a 20 ml del agua a analizar y 1 ml de agua. Agitar y medir, a los 5 minutos, la absorbancia (AII) a 440nm frente a la solución blanco preparada anteriormente. La medida corresponde al cloro residual total y a las sustancias interferentes.

Tubo III: Introducir 1 ml de solución de NaAsO_2 y 20 ml de muestra. Agitar y rápidamente añadir 1 ml de solución de ortotolidina. Agitar y rápidamente medir la absorbancia (AIII₁) a 440 nm frente a la solución blanco preparada anteriormente. Esperar 5 minutos y efectuar una segunda lectura (AIII₂). La solución arseniosa actúa reduciendo en primer lugar el cloro libre y las cloraminas, con lo que la medida

corresponde a las sustancias interferentes puestas de manifiesto de modo inmediato y al cabo de 5 minutos.

Expresión de los resultados

Calcular las siguientes absorbancias

-A cloro residual total= $A_{II}-A_{III_2}$

-A cloro residual libre= $A_I-A_{III_1}$

A partir de la curva de calibrado, determinar las concentraciones en la muestra de:

-Cloro residual total.

-Cloro residual libre.

-Cloro combinado= cloro residual total- cloro residual libre. (5)

5.3.4. Procedimientos Microbiológicos

Determinación de los indicadores sanitarios: coliformes totales y fecales.

Materiales y equipos:

- Balanza
- Espátula o pinza
- Platos petri
- Caldo lauryl sulfato
- Caldo verde brillante
- Pipetas
- Tubos de ensayo
- Baño María
- Horno

Procedimiento:

Homogenización

Dilución. (1:10), (1: 100), (1:1000).

Inoculación.

a) Se inocula cada uno de los tres tubos que contienen sulfato de lauril (que contienen también tubos Durham invertidos (con 1.0 ml. De agua homogenizada (1:10).

b) Se repite la misma operación con el primero (1:10) y el segundo (1:1000) tubos de dilución, utilizando para cada una de estas diluciones una nueva pipeta esterilizada.

Incubación.

Los tubos con caldo de sulfato de lauril se incuban durante 24 y 48 horas, a $27 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

Lectura de los tubos enriquecidos. (Ensayo de presunción)

Se notan los tubos en los que se ha formado gas al cabo de 24 horas, y se vuelven a incubar los restantes durante otras 24 horas, volviendo a anotar aquellos donde se ha formado.

Ensayo de Confirmación de los Coliformes

- a) De cada uno de los tubos con caldo de sulfato de lauril que han producido gases se hace una toma con un asa de platino, y se vierte en otro tubo con caldo de verde brillante.
- b) Estos últimos tubos se incuban durante 48 horas a $37 \pm 1^\circ\text{C}$.
- c) La formación de gas confirma la presencia de bacterias coliformes. Se anota entonces el número de tubos cuya reacción es positiva a la presencia de coliformes ha quedado confirmada.

Cálculos (NMP):

Se indica el número más probable adecuado al número de tubos positivos, basándose en la tabla siguiente: por ejemplo: 3 en 1:10, 1 en 1:100 y 0 en 1:1000 La tabla da como NMP= 43 coliformes gramo o mililitro.

Prueba de coliformes Totales:

- a) De cada tubo que contiene caldo de verde brillante, se observa gas positivo se encuba a una temperatura de 37°C por un periodo de 24 a 48 horas.
- b) De cada una de los tubos rotulados que dio positivo se anotan y se observa en la tabla NMP.

Prueba de coliformes Fecales:

- a) Luego se incubaba a 45°C de 24 a 48 horas en baño maría.
- b) De cada una de los tubos rotulados que dio positivo se anotan y se observa en la tabla NMP. (3)

Método del Numero mas Probable (NMP)

| 3 TUBOS 1 ml. 1:10 | 3 TUBOS 1ml. 1:100 | 3 TUBOS 1ml.1:1000 | NMP DE GERMENES g.o ml. |
|-----------------------|-----------------------|-----------------------|----------------------------|
| 0 | 0 | 0 | 3 |
| 0 | 0 | 1 | 3 |
| 0 | 1 | 0 | 3 |
| 1 | 0 | 0 | 4 |
| 1 | 0 | 1 | 7 |
| 1 | 1 | 0 | 7 |
| 1 | 1 | 1 | 11 |
| 1 | 2 | 0 | 11 |
| 2 | 0 | 0 | 9 |
| 2 | 0 | 1 | 14 |
| 2 | 1 | 0 | 15 |
| 2 | 1 | 1 | 20 |
| 2 | 2 | 0 | 21 |
| 2 | 2 | 1 | 28 |
| 3 | 0 | 0 | 23 |
| 3 | 0 | 1 | 39 |
| 3 | 0 | 2 | 64 |
| 3 | 1 | 0 | 43 |
| 3 | 1 | 1 | 75 |
| 3 | 1 | 2 | 120 |
| 3 | 2 | 0 | 93 |
| 3 | 2 | 1 | 150 |
| 3 | 2 | 2 | 210 |
| 3 | 3 | 0 | 240 |
| 3 | 3 | 1 | 480 |
| 3 | 3 | 2 | 1.100 |
| 3 | 3 | 3 | 2.400 |

5.3.5 Parámetros a validar de un método analítico

1. Selectividad.
2. Linealidad.
3. Precisión.
4. Exactitud.
5. Límite de Cuantificación (LOQ).
6. Límite de Detección (LOD).

Selectividad

- ❖ Objetivo: Determinar que el método aporta resultados exactos para todo los analitos de interés.
- ❖ Método:
 - Adición de posibles interferentes a la muestra.
 - Degradación artificial de la muestra; hidrólisis, fotólisis, termólisis, oxidación.
- ❖ Criterio de aceptación:
 - Detectar el compuesto de interés sin interferencias en todas las circunstancias.

Linealidad

- ❖ Objetivo: Determinar la proporcionalidad entre la concentración de analito y la respuesta instrumental.
- ❖ Método:
 - Curva de calibración con 5 diluciones de una solución patrón (mínimo duplicado por dilución).
 - Determinar curva de regresión: $y = mx + b$.
- ❖ Criterio de aceptación:
 - $r \geq 0,995$.
 - Intervalo de confianza del intercepto debe incluir el cero.

Precisión

- ❖ Objetivo: Determinar la dispersión de la medida alrededor del valor central, midiendo la concordancia entre ensayos individuales aplicados a muestras separado e idénticas.
- ❖ Método:
 - Repetibilidad: Seis muestras del 100%. Mismas condiciones de operación y analista.
 - Reproducibilidad: Seis muestras del 100% por dos analistas, dos días diferentes.
- ❖ Criterio de aceptación:
 - Coeficiente de variación $\leq 2\%$.

Exactitud

- ❖ Objetivo: Determinar capacidad del método para obtener resultados lo más próximos posibles al valor aceptado como verdadero.
- ❖ Método:
 - Tres concentraciones de analito adicionado a placebos (80%, 100%, 120%) cada una por triplicado.
- ❖ Criterio de aceptación:
 - Recuperación: 98% - 102%.
 - Si $t_{exp} < t_{tab.}$, no existe diferencia significativa entre el % R y 100%.

Donde :

t_{exp}: Tres concentraciones de analito del experimento.

t_{tab}: Tres concentraciones de analito de tabla.

Límites de Detección y Cuantificación

- ❖ Objetivo:
 - LOD: mínima cantidad detectable que produce respuesta en el instrumento. NO necesariamente es cuantificable
 - LOQ: mínima cantidad cuantificable con aceptable exactitud y precisión .
- ❖ Método:
 - Estimación de Respuesta a []0 en curva ensayo linealidad: Y_{bl}
 - Estimación σ_{n-1} de la respuesta a []0 en la curva σ_{n-1} respuesta VS Concentración (datos ensayo linealidad): S_{bl}
- ❖ Criterio de aceptación:

$$LOD = \frac{Y_{bl} + 3 \times S_{bl}}{b} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \quad LOQ = \frac{Y_{bl} + 10 \times S_{bl}}{b} \times \frac{1}{\sqrt{n}}$$

Donde:

Y_{bl} : Absorbancia promedio del blanco (n=10).

S_{bl} : Desviación Estándar de las Absorbancias del blanco.

B: Pendiente de la Recta de Regresión Lineal.

N: número de repeticiones del blanco.(6)

5. 4 RECOPIACIÓN DE LAS NORMAS NACIONALES E INTERNACIONALES RELACIONADAS A LA OBTENCIÓN DE AGUA PURIFICADA

| Nombre de la Norma | Contenido | Año de aprobación | Numero de Anexo |
|--|---|----------------------------|-----------------|
| <p>Norma general para las aguas potables embotelladas / envasadas (distinta de las aguas minerales naturales).</p> | <ol style="list-style-type: none"> 1. Objeto. 2. Campo de aplicación. 3. Definiciones. 4. Clasificación y designación. 5. Consideraciones generales. 6. Requisitos sanitarias de las plantas y procesos de las envasadoras de agua. 7. Especificaciones sanitarias. 8. Método de análisis y muestreos. 9. Envase y etiquetado. 10. Almacenamiento y transporte. | <p>NTON 03 040-03</p> | <p>3</p> |
| <p>Norma de agua envasada Especificación de calidad sanitaria</p> | <ol style="list-style-type: none"> 1. Ámbito de aplicación. 2. Descripción 3. Factores esenciales de composición y calidad. 4. Higiene. 5. Requisitos de etiquetado. | <p>Codex Stan 227-2001</p> | <p>4</p> |

VI. CONCLUSIONES

La culminación de este trabajo llevo a conocer la importancia de la aplicación de procedimientos que se requieren para validar el proceso de obtención de agua purificada debido a que garantiza la inocuidad del producto y reduce problemas de rechazo que resultan ser un inconveniente para la comercialización de dicho producto.

Se presentan los formatos que se requieren para la implementación del Programa de Riesgo, Identificación y control de Puntos Críticos en agua purificada que incluye el flujo grama de procesos, Árboles de decisiones, formatos de descripción del producto, hoja de control y acciones correctivas.

Se logró establecer los componentes de un plan maestro de validación en el cual se involucra los requerimientos de necesarios de una planta de fabricación de agua purificada en la que se debe tomar en cuenta: instalaciones, procesos, equipos.

Se elaboró un manual de procedimientos de control de calidad del agua que describen las pruebas físico-químicas y microbiológicas.

Se recopiló la norma técnica obligatoria nicaragüense y la norma Internacional del Codex, como base para la determinación de parámetros de calidad del producto terminado en agua purificada

VII. RECOMENDACIONES

El presente trabajo puede ser usado como material de referencia básico en las plantas que procesan Agua purificada, ya sea para mejorar sus sistemas de tratamiento, para implementar un Sistema de Evaluación y Control de Puntos Críticos, así como para la Validación de sus procesos a lo largo de todo el Flujograma del Proceso.

Elaboración de un manual de calibración de equipos e instrumentos y de buenas practicas de manufacturas.

Al **MINSA** que garantice la vigilancia continúa de las microempresas que se dedican al procesamiento de agua purificada.

Involucrar a los Ingenieros de Alimentos en la supervisión de las empresas como parte de las prácticas profesionales.

BIBLIOGRAFÍA

1. American Society for testing and Materials. Annual book of Standards 1994. Determinación de Conductividad eléctrica del agua. Método ASTM D 1125-91.
2. Burriel. Química analítica cualitativa. **Determinación de dureza de agua** Editorial Paraninfo. Pag. 275-295
3. Collins.CH.Lyne Patricia M. Analisis Microbiologico **Determinación de E. coli .total y E. coli fecal.** Pag. 472-473
4. NALCO. **Manual del Agua. Su Naturaleza, Tratamiento y Aplicaciones.** Editorial McGraw-Hill. México, 1989.
5. Rodier J. **Análisis de aguas, aguas naturales, aguas residuales, agua de mar.** Omega, Barcelona, 1981.
6. Stand methods for the examination of water and waste water publicado por la APHA, 1995. Método para la determinación del color del agua 2120-B
7. Validation of analytical methods for food control. **A report of joint FAO/IAEA Expert consultation.** 2.4 December 1999, Vienna, Austria.
8. Validation water, air handling systems. **Who supplementary training modules On GMP** December 1999, Vienna, Austria.
9. Whiten. Davis.Peck. Química general. **Conductividad electrica.** 5ta.edicion. pag. 771-772.
10. www.codexalimentarius.net/download/. **Norma general para las aguas potable/embotellada/envasada (distinta de las agua minerales naturales).**
11. www.turnkey.taiwantrade.com.tw/showpage.asp. **Elaboración de agua Purificada.**
12. www.monografias.com. **Organismo argentino de acreditacion. Guia para la Validacion.26-09-2003**
13. WWW. mific.org. **Directrices para la aplicacion del sistema de análisis de riesgo y puntos críticos de control. NTON 03-001-98.**
14. www.fiducoldex.gov.co/gestiones. **Fundamentos y vocabularios. Sistema de gestion de la calidad. 15-12-2003.**

ANEXOS

I. ANEXOS

GLOSARIO

HACCP: Sistema que permite identificar riesgos específicos y medidas preventivas para su control.

Riesgo: Posibilidad de que ocurra a un daño. Los riesgos pueden ser biológicos, químicos o físicos.

Limite crítico: Valor que separa lo aceptable de lo inaceptable.

PCC: Punto, fase o procedimiento en el que pueda aplicarse un control, para impedir, eliminar o reducir a niveles aceptables un riesgo para la inocuidad de los alimentos.

Acción correctiva: Medida que hay que adoptar cuando los resultados de la vigilancia de los PCC indica una pérdida de control.

Vigilar: Realizar una secuencia planificada de observaciones o mediciones para evaluar si un PCC está bajo control.

Verificación: Uso de métodos, procedimientos o pruebas además de las usadas en la vigilancia, para determinar si el Sistema HACCP está en concordancia con el plan HACCP y/o si el plan HACCP necesita modificarse o revalidarse.

Adsorción: Es la adhesión, provocada por atracciones eléctricas o químicas, de las moléculas de un gas, un líquido o una sustancia disuelta en una superficie. Este fenómeno es típico en la superficie del carbón activado, cuando se usa para la eliminación de sustancias orgánicas disueltas y el cloro.

Ablandador: Es un equipo de tratamiento de agua, el cual usa resinas de intercambio ciclo sodio, para eliminar los cationes que causan la dureza (calcio y magnesio).

Agentes Quelantes: Son compuestos orgánicos que extraen ciertos iones disueltos en el agua, incorporándolos a su estructura, también se llaman agentes secuestrantes.

Agua Grado Reactivo: Es agua que se puede usar para hacer reactivos, o para utilizarse en aplicaciones analíticas especiales. Hay varios tipos de agua de acuerdo al uso destinado, estas categorías las han estandarizado organizaciones como el ASTM (American Society for Testing and Materials) y la ACS (American Chemical Society). Ver norma ASTM D 1193-91.

Tipo I.- Agua preparada por destilación, pulida por medio de un tratamiento de resinas de intercambio mezcladas y filtrada a través de una membrana de $0.2 \mu\text{m}$, de manera que tenga una conductividad final máxima de $0.06 \mu\text{S/cm}$.

Tipo II.- Agua producida por un destilador diseñado para producir un destilado que tenga una conductividad final máxima de $1.0 \mu\text{S/cm}$.

Tipo III.- Agua preparada por destilación, intercambio iónico u ósmosis inversa y filtrada a través de una membrana de $0.45 \mu\text{m}$, con una conductividad final máxima de $0.25 \mu\text{S/cm}$.

Tipo IV.- Agua preparada por destilación, intercambio iónico u ósmosis inversa y con una conductividad final máxima de $5.0 \mu\text{S/cm}$.

Alcalinidad: Es la capacidad del agua para aceptar protones (H^+), es por lo tanto la capacidad de neutralizar los ácidos; se caracteriza por la presencia natural de iones carbonatos (CO_3^{2-}), bicarbonatos (HCO_3^-) e hidróxidos (OH^-).

Los hidróxidos pueden estar presentes en aguas que han sido ablandadas por el proceso cal-carbonato o que han estado en contacto con concreto fresco. La alcalinidad da una guía para escoger el tratamiento adecuado para un agua cruda o un efluente.

Alumbre: Sulfato de aluminio [$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$], una sustancia que comúnmente se utiliza en el tratamiento de las aguas municipales, para provocar que los coloides insolubles, se integren en forma de partículas de mayor tamaño que puedan ser removidas por asentamiento. Vea también "Floculación".

Anión: Un ión cargado negativamente. Ver "ión".

Angstrom: Unidad de medida igual a 10^{-10} metros.

ASTM: Organización para normalizar " American Society for Testing and Materials ".

Blanco: Un análisis inicial que incluye a todos los reactivos y omite solamente la muestra. Nos proporciona una referencia para comparación. Es muy importante para

minimizar contaminaciones extrañas que puedan ser confundidas con los constituyentes de la muestra.

Buffer: Una solución que tiene la propiedad de poca variación en el valor de pH, con cambios en su composición química. También se le llama Amortiguador.

Calcio: Un elemento metálico, normalmente presente en el agua en forma de carbonato (CaCO_3), produciendo dureza en el agua y posibilidades de incrustación.

Caldera: Un recipiente a presión, que se usa en sistemas de destilación, para la producción de vapor a partir del agua.

Carbón Activado: Material que se utiliza para adsorber impurezas orgánicas del agua. Proviene de la madera, de la lignita. El material es "tostado" a alta temperatura para obtener el carbón. El carbón se activa oxidándolo por el tratamiento con vapor a alta temperatura. Se produce en forma granular o en polvo.

Catión: Un ión cargado positivamente. Ver ión.

Cloración: Es la adición de cloro gas o compuestos de cloro al agua, con el propósito de desinfectarla.

Cloro: Un elemento químico que se utiliza para matar microorganismos presentes en el agua.

A temperatura ambiente y presión atmosférica es un gas amarillo.

Cloro Residual: Porción del cloro libre o combinado, que permanece activo después de un periodo de tiempo especificado.

Coagulación: Es la adición de sustancias insolubles en el agua, para neutralizar las cargas eléctricas de los coloides y permitir la formación de partículas mayores, que pueden ser eliminadas por sedimentación.

Coloides: Son partículas muy pequeñas, de 10 a 1000 Angstrom, que no se sedimentan si no son coaguladas previamente. Tienen una carga negativa y fácilmente obstruyen las membranas y los sistemas de ablandamiento y desionización.

Condensado: Es un destilado que es enfriado de su vapor y convertido al estado líquido por medio de un **Condensador**.

Conductividad: Es una medida de la habilidad que tiene una solución para conducir la corriente eléctrica. La unidad de medición es el siemens/centímetro.

Desionización (desmineralización): Es la eliminación de iones disueltos en el agua. Se logra, pasando el agua a través de recipientes rellenos de resinas de intercambio, las cuales cambian el ión hidrógeno por cationes y el ión oxhidrilo por los aniones. Las impurezas iónicas permanecen unidas a las resinas y los iones hidrógeno y oxhidrilo, se combinan para formar agua, así el producto de salida es agua desionizada.

Destilación: Es el proceso de separar del agua sus impurezas, calentándola hasta que forme vapor y luego, por enfriamiento, condensando el vapor para producir: agua "destilada".

Dilución: Es el bajar la concentración de una solución, mediante la adición de más solvente. **El factor de dilución**, es la relación volumétrica entre solvente y soluto.

Dureza: Es la presencia de sales de calcio y magnesio en el agua. La dureza disminuye la capacidad del jabón de producir espuma. Una alta dureza causa problemas de incrustación en calderas y tuberías e interfiere en procesos de purificación por osmosis inversa.

Dureza de Carbonatos: Dureza en el agua, causada por los bicarbonatos y carbonatos de calcio y magnesio.

Dureza de no carbonatos: Es la dureza del agua producida por los cloruros, sulfatos y nitratos de calcio y magnesio.

Desinfección: Es la destrucción de la mayoría de los microorganismos dañinos por medios químicos, por calor, por luz ultravioleta, etc.

Electrolito: Un compuesto químico que cuando se disuelve en agua, forma iones que permiten el paso de la corriente eléctrica.

Floculación: La adición de sustancias químicas, para producir un "flóculo", que es un compuesto insoluble que adsorbe materia coloidal y permite su fácil sedimentación.

Espectroscopía de absorción Atómica: Una técnica de análisis instrumental, altamente sensible, para analizar e identificar metales en el agua.

Espectroscopía de Flama: Una técnica de análisis instrumental, altamente sensible, para analizar e identificar metales alcalinos (sodio, potasio, litio) y alcalinoterreos (calcio, magnesio, estroncio y bario).

Hidrofílico: Que tiene una gran afinidad con el agua.

Hidrofóbico: Que no se humedece, repelente al agua.

Impurezas Biológicas: Impurezas producidas por organismos vivos: bacteria, virus, algas, protozoarios, hongos microscópicos, etc y sus sub-productos, incluyendo pirógenos.

Incrustación: Son depósitos minerales que pueden recubrir las partes internas de las calderas, tubería de intercambio de calor y membranas de ósmosis inversa, en donde cierto tipo de agua circula. Consiste principalmente de carbonato de calcio, el cual precipita de la solución bajo ciertas condiciones. Ver Índice de Langelier y de Ryznar.

Inorgánico: Referente a lo mineral, incluyendo todo el material que no es animal o vegetal. Sustancias inorgánicas que normalmente al disolverse, se disocian formando iones.

Intercambio Iónico: También conocido como desionización, Es un proceso por el cual ciertos iones no deseados, son cambiados por otros iones deseados que están unidos a las partículas una resina. Normalmente los iones hidrógeno de la resina, se cambian por los cationes y los iones hidroxilo de la resina, se cambian por los aniones. Los iones hidrógeno e hidroxilo, se combinan, formando agua pura.

Índice de Langelier: Es una medida del grado de saturación del carbonato de calcio en el agua, el cual se basa en el pH, alcalinidad y dureza. Si el índice de Langelier es positivo, el carbonato de calcio puede precipitar de una solución y formar incrustaciones.

Índice de Ryznar: Similar al índice de Langelier y basado en los mismos parámetros. Si el índice de Ryznar tiene un valor de 6.0 o menor, el agua tiene tendencia incrustante, con un índice de 7.0 la incrustación no ocurre. Cuando el valor aumenta a valores superiores de 7.5 a 8.5, se incrementa el problema de la corrosión.

Ión: Un átomo o grupo de átomos con una carga positiva (Cación) o una negativa (Anión), como resultado de haber perdido o ganado electrones.

Materia orgánica: Comprende a las moléculas naturales y artificiales, que contienen carbón e hidrógeno. Toda la materia viva presente en el agua, es de moléculas orgánicas.

Megohms-cm.: Una medida de la pureza iónica del agua. Es su Resistividad, que es el recíproco de la conductividad del agua. Entre menor cantidad de sólidos disueltos tenga el agua, mayor será su resistividad. Un megohm-cm. es igual a una resistencia de 1 000 000 Ohms medida entre dos electrodos separados un centímetro. El agua "Absolutamente" pura tiene un valor teórico máximo de 18.3 megohm-cm a 25 °C.

Micro: Prefijo que significa una millonésima, como en microgramo, micrómetro.

MicroSiemen/cm: Unidad de medida para la conductividad de una solución.

Mili equivalente: Es la concentración equivalente que reaccionaría con un mili equivalente de otra sustancia. En cálculos de análisis de agua, se emplea la Normalidad como unidad de concentración de las soluciones que se utilizan para llevar a cabo las reacciones de titulación **$N = Eq/l$ o $N = mEq/ml$** .

Ósmosis: Es la difusión de un solvente a través de una membrana semipermeable, el flujo es de la parte con menos concentración a la parte con mayor concentración.

Ósmosis Inversa: Es la inversa de la ósmosis, es un proceso para purificar el agua. En la ósmosis inversa, el flujo del agua que fluye por la membrana, es forzado por presión, a que pase de la parte de mayor concentración, hacia la parte de menor concentración, la presión debe ser superior a la presión osmótica.

Partículas: Normalmente se refieren a sólidos de tamaño lo suficientemente grande para poder ser eliminados por una filtración.

pH : Es el logaritmo base 10, de la actividad molar de los iones hidrógeno de una solución.

Potable: Apta para usarse para beber.

ppm : Una de las unidades de medición más comunes en el análisis de agua, en soluciones muy diluidas como es el caso de las aguas naturales, **es equivalente a mg/l**.

Precipitado: Cuando una solución llega a su saturación, el soluto empieza a "salir" de la solución, en forma de precipitado. De esta forma, el carbonato de calcio precipita del agua, causando incrustaciones.

Pirógenos: En la purificación del agua, los pirógenos son los lipopolisacáridos que se encuentran en la parte exterior de las células de ciertas bacterias, los pirógenos inician la respuesta inmunológica, causando una reacción febril.

Peso molecular: Es el peso de una molécula, el cual se calcula sumando los pesos atómicos de los átomos que la forman.

Resina de intercambio: Son pequeñas esferas de materiales plásticos. Las resinas de intercambio catiónico, están hechas de estireno y divinilbenceno y contienen grupos de ácido sulfónico, intercambian iones H^+ por cualquier cation que encuentren. Similarmente, las resinas aniónicas, tienen grupos de amonio cuaternario, que intercambiaran cualquier anión por iones OH^- .

Resistividad: Es la medida de la resistencia específica del flujo de la electricidad en el agua, es una medida exacta de la pureza iónica. El agua "Absolutamente" pura tiene un valor teórico máximo de 18.3 megohm-cm a 25 °C.

Sal: Cualquiera de los numerosos compuestos que resultan de la combinación de todo o parte de los hidrógenos de un ácido, con un metal o un radical que actúa como metal. Es también un compuesto cristalino, iónico o electrovalente.

Salinidad: Es la concentración de las sales minerales solubles en el agua (principalmente, de los metales como el sodio, magnesio y calcio).

Sedimentación: Un tratamiento primario en los sistemas de agua municipal. El agua es mantenida en reposo por un tiempo determinado, para permitir que las partículas sólidas se asienten por gravedad.

Siemen: Unidad de medida de la conductancia, es el recíproco de la resistencia en Ohms.

Sólidos Suspendidos: Son los sólidos no disueltos y que pueden ser removidos por filtración.

Sólidos totales disueltos: Es la concentración total de los iones disueltos, expresada en unidades de conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$) o en ppm de NaCl o de Na_2SO_4 .

Soluto: Es la sustancia que se disuelve y forma iones en la solución.

Solvente: Es un líquido capaz de disolver a un soluto.

Turbidez: Es una suspensión de partículas muy finas, que obstruye el paso de la luz. Por el pequeño tamaño de estas partículas, se requieren muchos días para que se sedimente.

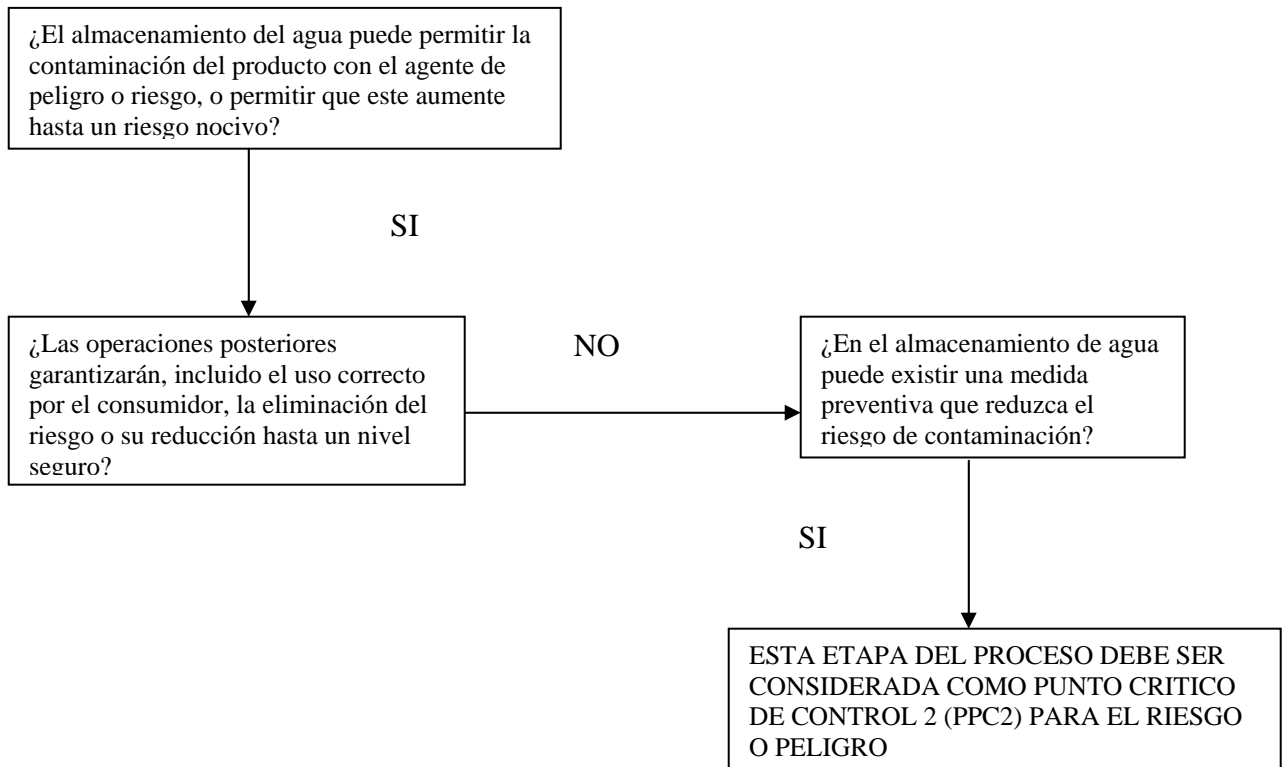
II. ANEXO

Árbol de decisión de plan HACCP

En la identificación de los Puntos Críticos de Control puede hacerse uso de árboles de decisiones. Los árboles de decisión permiten determinar si una etapa es un Punto Crítico de Control para el riesgo que se ha identificado. Puede aplicarse de manera flexible, dependiendo del proceso que sea aplicado. Es necesario tener en cuenta todos los riesgos que puedan producirse en cada operación.

Ejemplo:

ALMACENAMIENTO DE AGUA



III. ANEXO

ESPECIFICACIÓN DE CALIDAD SANITARIA DE AGUA ENVASADA

**CDU 13.060.20
1/14**

NTON 03 040 - 03

Abril- 03

**NTON
03 040 - 03**

**NORMA DE AGUA ENVASADA.
ESPECIFICACIONES DE CALIDAD
SANITARIA**

NORMA TECNICA OBLIGATORIA NICARAGÜENSE

**COMISION NACIONAL DE NORMALIZACION TECNICA Y CALIDAD.
MINISTERIO DE FOMENTO INDUSTRIA Y COMERCIO**

Derecho de reproducción reservado

La Norma Técnica Obligatoria Nicaragüense **03 040-03 Norma de Agua Envasada. Especificaciones de Calidad Sanitaria** ha sido preparada por el Comité de Aguas y en su elaboración participaron las siguientes personas:

| | |
|------------------------------|------------------------------|
| Lic. Vidal Téllez | PANAMCO - NIC |
| Lic. José M. Torres V. | AGUAS MINERALES DE NICARAGUA |
| Ing. Roberto Stanthagen | AGUA FUENTE PURA |
| Ing. Nidia Minnicucci | AGUA FUENTE PURA |
| Ing. Iván Midence | AGUA DEL BOSQUE |
| Lic. María José Mendoza | MINSA |
| Lic. Meyling Centeno | MINSA |
| Lic. Emilio Saballos | CNDR - MINSA |
| Lic. Carmen Lanuza Jarquín | CNDR - MINSA |
| Lic. Francisco Pérez | LABAL |
| Lic. Junnette Molina Marcia | CIRA |
| Lic. Nora Sandoval Reyes | ENSA |
| Lic. Martha Xiomara Guerrero | POLISAL-UNAN |
| Lic. Luis Dabuod | AGUA COOL WARE |
| Ing. Alejandro Arguello | AGUAS INDUSTRIALES |
| Lic. Edgar Zamora | AGUA LA CASCADA |
| Lic. Carlos González | AGUA FRESCA PURIFICADA |
| Ing. José de Jesús Urbina | PARMALAT |

Esta norma fue aprobada por el Comité Técnico en su última sesión de trabajo el día 09 de abril de 2003.

1. OBJETO

La presente norma tiene por objeto establecer los requisitos físicos, químicos, microbiológicos que debe cumplir el agua potable tratada y envasada destinada para el consumo humano.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma es de carácter obligatoria y se aplicará al agua envasada en lo que se refiere al envasado, etiquetado, almacenamiento, transporte, distribución y comercialización. Las aguas envasadas importadas estarán sujetas a la aplicación de esta norma.

3. DEFINICIONES

Para fines de esta norma se define por:

3.1 Aguas subterráneas. Aguas como el agua de manantial, el agua de pozo artesiano y el agua de pozo que se originan en acuíferos subterráneos. Las aguas subterráneas pueden clasificarse de manera amplia como aguas protegidas o aguas no protegidas. Las aguas subterráneas protegidas no están directamente influenciadas por el agua de superficie o las condiciones ambientales de la superficie y por lo tanto son adecuadas desde el punto de vista microbiológico.

3.2 Agua artesiana. Agua obtenida de un pozo que perfora el manto acuífero ubicado por encima del nivel freático. El agua artesiana debe cumplir con los requisitos de agua natural.

3.3 Agua de Pozo. Agua de un orificio perforado, excavado o de alguna manera construido en la tierra para obtener agua de acuífero.

3.4 Agua potable. Es aquella que satisfaciendo las especificaciones de calidad, no causa efectos nocivos al ser humano.

3.5 Agua purificada. El nombre del agua que ha sido producido por destilación, deionización, osmosis inversa, u otros procesos apropiados.

3.6 Agua desmineralizada. Agua tratada, que no contiene minerales.

3.7 Agua destilada. Agua purificada, que ha sido evaporada y luego condensada.

3.8 Agua Fluorada. Agua envasada que contiene fluor, la etiqueta debe especificar si la fluoración es natural o agregada, además debe cumplir con la norma de calidad de esta normativa.

3.9 Agua tratada. Agua potable que ha pasado por un tratamiento posterior, como filtración, para ser envasada en empaques adecuados.

3.10 Agua envasada. Es aquella apta para el consumo humano, contenida en recipientes herméticamente cerrados, de materiales, formas y capacidades diversas, aprobadas por las autoridades competentes y que es adecuada para el consumo directo sin que sea necesario tratamiento ulterior y con cierre inviolable el cual deberá permanecer en tal condición hasta que llegue a manos del consumidor final.

3.11 Agua de manantial. Es el agua procedente de una formación subterránea, donde el agua fluye naturalmente hasta la superficie de la tierra se conoce como agua de manantial, además debe cumplir con la norma de calidad de esta normativa.

3.12 Agua Mineral. El agua que contiene no menos de 250 partes por millón (PPM) de sólidos totalmente disueltos (TDS) provenientes de un recurso aprovechado o manantial. El agua mineral debe distinguirse de los otros tipos de agua por su constante nivel y proporciones relativas de elementos minerales. No se pueden añadir minerales a esta agua.

3.13 Envase Primario. Es todo recipiente que tiene contacto directo con el producto, con la misión específica de protegerlo de su deterioro, contaminación o adulteración y de facilitar su manipulación.

3.14 Envase Secundario. Cualquier recipiente que contiene alimentos para su entrega como un producto único, que los cubre, total o parcialmente, y que incluye los embalajes y envolturas. Un envase puede contener varias unidades o tipos de alimentos previamente envasados cuando se ofrece al consumidor.

3.15 Etiqueta. es todo rótulo, marbete, inscripción, imagen u otra forma descriptiva o gráfica ya sea que esté impreso, marcado, grabado en relieve, adherido al empaque o envase del producto.

3.16 Flujo Inverso. Salida de un líquido en dirección o en el sentido contrario.

4. CLASIFICACION Y DESIGNACIÓN

Las aguas envasadas destinadas para el consumo humano se clasificarán en:

Agua purificada
Agua Fluorada
Agua de manantial

Agua Mineral
Agua Desmineralizada

5. CONSIDERACIONES GENERALES

5.1 La fuente de abastecimiento de agua debe estar autorizada por la autoridad sanitaria correspondiente.

5.2 El lavado y desinfección de envases deberá realizarse con soluciones sanitizantes que no alteren las características del producto y evitando la contaminación por el arrastre de las mismas.

5.3 Las plantas purificadoras de agua deben estar diseñadas y establecidas en instalaciones que permitan cumplir correctamente con el Reglamento Técnico Unión Aduanera Centroamericana de Buenas Prácticas de Manufactura.

5.4 Los medios de transporte, recipientes, tuberías y tanques deberán construirse de manera que:

- No contaminen el agua destinada al envasado
- Puedan lavarse y desinfectarse eficazmente.
- Proporcionen una protección eficaz contra la contaminación, incluidos el polvo, humos.

5.5 Las instalaciones tendrán un abundante suministro de agua potable para la limpieza y desinfección. El agua deberá conducirse por tuberías completamente separadas del agua de operaciones para imposibilitar la contaminación del producto, con tuberías distintas o con válvulas para prevenir el flujo inverso.

5.6 La planta deberá tener sistema e instalaciones adecuados de desagüe y eliminación de desechos. Estarán diseñadas, construidas y mantenidas de manera que se evite el riesgo de contaminación del agua.

6. REQUISITOS SANITARIOS DE LAS PLANTAS Y PROCESO DE LAS ENVASADORAS DE AGUA:

6.1 La planta deberá ser construida de manera tal que los pisos, paredes y techos puedan ser limpiados adecuadamente y mantenidos en buenas condiciones sanitarias.

6.2 La planta deberá contar con espacio suficiente para almacenamiento de equipos, envases y otros materiales, así como también deben estar alejado de las paredes.

6.3 La planta debe ser ventilada para minimizar los olores, gases o vapores tóxicos y condensación en el procesamiento, embotellamiento y en los recintos para el lavado y el saneamiento de recipientes, impidiendo la entrada de humo, polvo, vapores u otros.

6.4 Con iluminación adecuada, protegidas sobre las áreas de procesamiento. El alumbrado no deberá alterar los colores.

6.5 La planta deberá tener malla milimétrica de manera tal que impida la entrada de animales, insectos, roedores y/o plagas.

- 6.6 Las instalaciones para lavarse las manos, deberán disponer de medios adecuados y en buen estado para lavarse y secarse las manos higiénicamente, con lavamanos y abastecimiento de agua caliente y/o fría (o con la temperatura debidamente controlada).
- 6.7 Los vestidores y comedor para los trabajadores se ubicarán separados de las operaciones de la planta y áreas de almacenamiento.
- 6.8 El llenado, tapado, cerrado, sellado y empacado de los envases debe ser hecho de manera higiénica para no producir contaminación del agua envasada.
- 6.9 Los tanques de almacenamiento deben estar provistos de tapas para evitar la introducción de cualquier materia extraña. Las conexiones hacia las tuberías deberán estar provistas de filtros fácilmente limpiables o reemplazables.
- 6.10 La limpieza y sanitización de los utensilios y equipos deberán ser conducidos de tal manera que protejan contra la contaminación del agua, superficies de contacto o material de empaque.
- 6.11 Se usarán envases y tapones no tóxicos. Todos los depósitos y tapones deben ser inspeccionados para asegurarse que están libres de contaminación.
- 6.12 Efectuar monitoreo de llenado, tapado y sellado por inspección visual o electrónica de los recipientes.
- 6.13 La planta debe registrar y mantener la información en cuanto al producto, volumen de producción del lote y distribución del producto terminado, para asegurarse que la producción de agua envasada está conforme a las especificaciones de calidad descrito en la presente norma.
- 6.14 No deberá depositarse ropa, ni objetos personales en la zona de procesamiento.
- 6.15 Efectuar monitoreo de la calidad del agua envasada después del procesamiento y antes del embotellamiento, para asegurar la uniformidad y efectividad del proceso de tratamiento de acuerdo a los métodos establecidos en la presente norma.
- 6.16 Todos los recipientes defectuosos o no higiénicos deberán ser descartados.
- 6.17 Los recipientes utilizados como envase primario deberán ser lavados, saneados e inspeccionados antes de comenzar a ser llenados, tapados y sellados.
- 6.18 El personal que labora en las plantas envasadoras de agua deberá cumplir con la NTON 03 026-99 Norma Sanitaria de Manipulación de Alimentos. Requisitos para Manipuladores.

7. ESPECIFICACIONES SANITARIAS:

El agua envasada debe cumplir con las siguientes especificaciones:

CALIDAD MICROBIOLÓGICA

| CONTAMINANTES | MÉTODO DE ANÁLISIS | VALOR MÁXIMO ADMISIBLE |
|--------------------|--|---|
| Coliformes totales | APHA 59.53 (NMP) 59.45 (MF) Standar Métodos 9221B – 9222B | NMP:< 1.1 /100ml MF:< 1.1 UFC/100ml |
| Escherichia coli | Standard Méths 9223 19 Edic. 1995 | NMP:< 1.1/100ml MF:< 1.1 UFC/100ml |
| Pseudomonas | Standard Meths 9213F 18 Edic. 1992 | Ausencia |

CARACTERÍSTICAS FÍSICAS Y ORGANOLÉPTICAS

| PARAMETRO | UNIDAD | METODO | VALOR MAXIMO ADMISIBLE |
|------------------------------|--------------------------|--|------------------------|
| Color | mg/l (Pt-Co) | EPA 110.2 2120 B. 2120C. | 5 unids |
| Olor | Nº de umbral de olor | 2150 B. | NR |
| pH | | EPA 150.1 4500 - H | 6.5 - 8.5 |
| Sabor | Nº de umbral de sabor | 2160 B. 2160 C. 2160 D. | NR |
| Sólidos totales disueltos | mg/l | EPA 160.1 | 600 |
| Cloro residual | mg/l | EPA 330.5 4500 – CI B. 4500 – CI C 4500 – CI D 4500 – CI E 4500 – CI F 4500 – CI G | 0.1 |

| | | | |
|-----------|-----|----------------------------|---|
| | | 4500 – CI H 4500 – CI I | |
| Turbiedad | UNT | 2130 B. | 1 |

NR= No rechazable

VALORES PARA SUSTANCIAS QUIMICAS

| PARÁMETROS | METODO | VALOR MAXIMO ADMISIBLE mg/l |
|----------------------|---|--|
| Antimonio | EPA 200.8 3500 – Sb. B. 3500 – Sb. C. | 0.006 |
| Cloruros | EPA 300.0 4500 CI –B 4500 CI –C 4500 CI –D 4500 CI –E 4500 CI –F | 250 |
| Cobre | EPA 200.7 3500 Cu B 3500 Cu C 3500 Cu D 3500 Cu E | 1 |
| Fluoruros | EPA 340.2 4500 – F B 4500 – F C 4500 – F D 4500 – F E | 1.3 |
| Hierro Total | EPA 200.7 3500 Fe B 3500 Fe C 3500 Fe D | 0.3 |
| Nitrógeno de Nitrito | EPA 300.0 | 1.0 |
| Nitrógeno de Nitrato | EPA 300.0 | 10 |
| Plata | EPA 200.8 | 0.05 |
| Sulfatos | EPA 300.0 | 250 |

VALORES PARA SUSTANCIAS QUÍMICAS DE TIPO INORGÁNICO DE ALTO RIESGO PARA LA SALUD

| PARÁMETRO | METODO | VALOR MÁXIMO ADMISIBLE mg/l |
|--------------------------------|---------------------|-----------------------------|
| Aluminio | EPA 200.7 | 0.2 |
| Arsénico | EPA 200.8 | 0.01 |
| Bario | EPA 200.7 | 1.0 |
| Cadmio | EPA 200.8 | 0.005 |
| Cianuros | EPA 335.4 | 0.1 |
| Cromo (Cr) | EPA 200.8 | 0.05 |
| Mercurio | EPA 245.1 | 0.001 |
| Níquel | EPA 200.7 | 0.02 |
| Nitrito(medido como Nitrógeno) | EPA 300.0 | 1.0 |
| Plomo | EPA 200.8 | 0.005 |
| Selenio | EPA 200.8 | 0.01 |
| Zinc | EPA 200.7, Langlier | 3.00 |

VALORES PARA SUSTANCIAS ORGANICAS DE RIESGO A LA SALUD

| PARAMETRO | UNIDAD | METODO | VALOR MÁXIMO ADMISIBLE µg/l |
|------------------------|--------|-----------|-----------------------------|
| Benceno | µ/L | EPA 502.2 | 1.0 |
| Diclorobenceno 1 – 2 | µ/L | EPA 502.2 | 600.0 |
| Diclorobenceno 1- 4 | µ/L | EPA 502.2 | 75.0 |
| Dicloroetano 1 - 2 | µ/L | EPA 502.2 | 2.0 |
| Estireno | µ/L | EPA 502.2 | 20.0 |
| Etilbenceno | µ/L | EPA 502.2 | 300.0 |
| Tolueno | µ/L | EPA 502.2 | 700 |
| Trihalometanos totales | µ/L | EPA 502.2 | 10.0 |

VALORES PARA RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

| PARAMETRO | UNIDAD µ/L | METODO | VALOR MÁXIMO ADMISIBLE µg/l |
|-------------------|------------|-----------|-----------------------------|
| Atrazina | µ/L | EPA 525.2 | 3.0 |
| Carbofuran | µ/L | EPA 531.1 | 5.0 |
| Clordano | µ/L | EPA 505 | 0.5 |

8. METODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO

Los métodos de muestreo se llevaran a cabo de acuerdo al documento de Planes de muestreo para alimentos preenvasados CAC/RM 42 - 1969 del Codex Alimentarius.

PRUEBAS DE CONTROL DE CALIDAD OBLIGATORIAS PARA LA PRODUCCIÓN DE AGUA ENVASADA

| PRUEBA | STANDARD | FRECUENCIA DE LA PRUEBA |
|---|---|---|
| Microbiológico en fuente de agua | | |
| Coliformes Totales | 1UFC/100 ml (filtro de membrana) | Semanalmente |
| Coliformes fecales | NMP < 1.1/ 100 ml (tubo múltiple) negativo | Semanalmente |
| Fuente de Agua | Cumplir con la Norma CAPRE | |
| Parámetros Físicos Químicos (temperatura, pH, cloruros, cloro residual, conductividad, dureza, sulfatos aluminio, calcio, cobre, magnesio, sodio, potasio, sólidos totales disueltos, zinc) establecidos en la Norma CAPRE. | Temperatura 18 – 30 °C pH 6.5 – 8.5 Cloro residual 0.5 – 1 mg/l Conductividad 400 us/cm Dureza 400 mg/l CaCO ₃ Sulfatos 25 mg/l Aluminio 0.2 mg/l Calcio 100 mg/l CaCO ₃ Cobre 1.0 mg/l Magnesio 30 mg/l Sodio 25 mg/l Potasio 10 mg/l Solidos totales disueltos 1000 mg /l. Zinc 3.0 mg/l | |
| Parámetros Básicos: | | |
| pH Agua Terminada | 6.5 a 8.5 | Al inicio del proceso y dos veces por turno |
| Sabor en Agua Terminada | | |

| | | |
|--|---|--|
| Cloruro en el Agua terminada | 250 mg/l | Al comienzo y una vez por turno. |
| Análisis Físico Químico Agua envasada | | Al comienzo, luego regularmente, una vez al turno. |
| A. Parámetros Físicos y Organolépticos: | Agradable, no rechazable | Semestralmente |
| B. Parámetros para sustancias Químicas | Cumplir con la Norma de Agua Envasada. Especificaciones de Calidad Sanitaria. | Anualmente |
| C. Parámetros para sustancias químicas de tipo inorgánico de alto riesgo para la salud. | Cumplir con la Norma de Agua Envasada. Especificaciones de Calidad Sanitaria | Semestralmente |
| D. Parámetros para sustancias orgánicas de riesgo a la salud | Cumplir con la Norma de Agua Envasada. Especificaciones de Calidad Sanitaria | Semestralmente |
| E. Parámetros para residuos de Plaguicidas. | Cumplir con la Norma de Agua envasada. Especificaciones de Calidad Sanitaria | Anualmente |
| Agua terminada (después de 5 días) | Cumplir con la Norma de Agua envasada. Especificaciones de Calidad Sanitaria | semestralmente |
| Microbiológico | Cumplir con la Norma de Agua envasada. Especificaciones de Calidad Sanitaria | |
| Coliformes totales | NMP<1.1/100 ml | semanalmente |

| | | |
|--|---|---|
| E. coli | <1 UFC/100ml | |
| | Negativo en 100 ml/UFC | |
| Pseudomonas | Ausencia | |
| PRUEBA | STANDARD | FRECUENCIA DE LA PRUEBA |
| Prueba concentración de limpiador para envases retornables | Según el fabricante regularmente (cada 2 horas) | Al comienzo, de cada funcionamiento. |
| Limpiadores no cáusticos | Según el Fabricante | Al comienzo de cada funcionamiento, ejemplo (cada 2 horas) |
| Limpiadores Cáusticos | Según el fabricante | Al comienzo de cada funcionamiento y regularmente. |
| Arrastre de limpiador en las botellas lavadas limpiadores no cáusticos | Según el fabricante | Al comienzo de cada funcionamiento, por ejemplo cada dos horas. |
| Limpiadores cáusticos | Incoloro a color rosa tenue. | Al comienzo de cada funcionamiento, por ejemplo cada 2 horas. |
| Bacterias Tapas | <1 colonia por centímetro cuadrado de área de superficie, libre de coliformes. | Trimestralmente en 4 muestras de cada tapa. |
| Envases | < de 1 bacteria por ml de capacidad libre de coliformes. | Trimestralmente en 4 de cada envase. |
| Llenado del envase | Según Norma 07 002-00 Norma de Contenido Neto, volúmenes y variedades permitidas. | Mensualmente para cada tamaño de envase |

9. ENVASE Y ETIQUETADO

9.1 El producto objeto de esta norma se debe envasar en recipientes de tipo sanitario, elaborado con materiales inocuos, que no transmitan ninguna sustancia toxica, ni olores o sabores desagradables, que tengan tapa inviolable, sello o banda de garantía y resistentes a distintas etapas del proceso, de tal manera que no reaccionen con el producto o alteren sus características físicas, químicas y organolépticas.

9.2 Cuando se utilicen para el envasado de agua bolsas u otras formas no rígidas (envase flexible) estos deben ser de material virgen, de color blanco lechoso, de alta o baja densidad, su densidad será entre 0.91 y 0.96 g/cm³. Por ejemplo el Polietileno, PEBD admite fácilmente el termo sellado. Este material no debe liberar olores desagradables. No debe reaccionar con el producto o alterar sus características físicas, químicas y organolépticas.

9.3 Cumplir con la Norma de Etiquetado para alimentos preenvasados NTON 03 021-99 Norma de etiquetado de alimentos preenvasados para consumo humano.

10. ALMACENAMIENTO Y TRANSPORTE

Las condiciones de almacenamiento y transportación deberán cumplir con las normas higiénicas sanitarias vigentes.

11. BIBLIOGRAFIA

- a) Norma Salvadoreña Obligatoria de Agua Envasada. Ministerio de Salud Publica y Asistencia Social / OPS. Marzo 2000
- b) Guía para el Verificador de Bienes y Servicios. Dirección General de Control Sanitario de Bienes y Servicios / Secretaria de Salud. (1996)
- c) Norma Oficial Mexicana NOM- SSA1- 1993 Bienes y servicios. Agua Purificada envasada. Especificaciones Sanitarias.
- d) Memorias Taller sobre Programas Nacionales de Control y Vigilancia de la Calidad del Agua Potable. OMS/OPS Proyecto PROAGUA Panamá.
- e) La calidad del agua potable en América Latina / Gunther F. Craun. ILSI Argentina. OPS/ OMS Washington DC.
- f) Parámetros Químicos para el Agua Envasada según NSF
- g) Comparación de Parámetros Químicos EPA, FDA, IBWA.
- h) Reporte de Inspección de Plantas Embotelladoras de Agua NSF
- i) Definiciones para Bebidas Especificadas Estandarizadas – 21 CFR Parte 165 NSF
- j) Norma Regional CAPRE “Normas de Calidad del agua para consumo humano”.
- k) Guidelines for drinking-water Quality/World Health Organization.
- l) Reglamento Técnico de la Unión Aduanera. Etiquetado de Alimentos Preenvasados.

12. OBSERVANCIA DE LA NORMA

La verificación y certificación de esta Norma estará a cargo del Ministerio Salud a través de la Dirección de Regulación de Alimento y Sistemas Locales de Atención Integral en Salud (SILAIS) del país.

13. ENTRADA EN VIGENCIA

La presente Norma Técnica Obligatoria Nicaragüense entrará en vigencia con carácter Obligatorio, un año después de su publicación en la Gaceta Diario Oficial.

14. SANCIONES

El incumplimiento a las disposiciones establecidas en la presente norma, debe ser sancionado conforme a lo establecido en las Disposiciones Sanitarias; Decreto No. 391 y No. 432 y en la Ley de Normalización Técnica y Calidad y su Reglamento.

CODEX STAN 227 Página 1 de 6

**NORMA GENERALES PARA LAS AGUAS POTABLES
EMBOTELLADAS/ENVASADAS
(DISTINTAS DE LAS AGUAS MINERALES NATURALES)
CODEX STAN 227 - 2001**

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

La presente Norma se aplica a las aguas para beber distintas de las aguas minerales naturales según se definen en la Norma Revisada del Codex CODEX STAN 108-1981, Rev. 1-1997, que se envasan, se embotellan¹ y que son aptas para el consumo humano.

2. DESCRIPCIÓN

2.1 AGUAS ENVASADAS

Por "**aguas envasadas**", distintas de las aguas minerales naturales, se entiende las aguas para consumo humano, que pueden contener minerales que se hallan presentes naturalmente o que se agregan intencionalmente; pueden contener dióxido de carbono por encontrarse naturalmente o se agrega intencionalmente, pero no azúcares, edulcorantes, aromatizantes u otras sustancias alimentarias.

2.1.1 Aguas definidas según su origen

Las "**Aguas definidas según su origen**", bien provengan del subsuelo o de la superficie, y que se definen en el ámbito de la presente Norma comparten las características siguientes:

- a) provienen de recursos medioambientales específicos sin pasar por un sistema de abastecimiento público de aguas;
- b) se han adoptado precauciones dentro de los perímetros de vulnerabilidad para evitar cualquier contaminación de las cualidades químicas, microbiológicas y físicas del agua en su origen así como cualquier influencia externa sobre ellas;
- c) condiciones de captación que garanticen la pureza microbiológica original y los elementos esenciales de su composición química en origen;
- d) desde el punto de vista microbiológico, son siempre aptas para el consumo humano en su fuente y se mantienen en ese estado con precauciones higiénicas concretas hasta que se envasen de acuerdo con lo dispuesto en las secciones 3 y 4 y durante el envase;
- e) no están sujetas a ninguna modificación o tratamiento fuera de los permitidos en la Subsección 3.1.1.

2.1.2 Aguas preparadas

Por "**Aguas preparadas**" se entienden las aguas que no se ajustan a todas las disposiciones establecidas para las aguas definidas según su origen en la subsección 2.1.1. Pueden proceder de cualquier tipo de abastecimiento de agua.

¹ Conforme se definen en la *Norma General del Codex para el Etiquetado de los Alimentos Preenvasados*: "alimentos preenvasados que se ofrecen como tales al consumidor o para servicios de comidas para colectividades".

CODEX STAN 227 Página 2 de 6

3. FACTORES ESENCIALES DE COMPOSICIÓN Y CALIDAD

3.1 MODIFICACIONES Y MANIPULACIÓN DE LAS AGUAS ENVASADAS

3.1.1 Modificaciones físicoquímicas permitidas y tratamientos antimicrobianos para las aguas definidas según su origen

Las aguas definidas según origen no podrán ser modificadas antes de su envasado o sometidas a tratamientos que no sean los descritos en las subsecciones siguientes con la condición de que tales modificaciones o tratamientos y los procedimientos ² utilizados para llevarlos a cabo no cambien las características físicoquímicas esenciales ni comprometan la inocuidad bajo los aspectos químico, radiológico y microbiológico, de esas aguas cuando se envasen:

3.1.1.1. Tratamientos selectivos que modifican la composición original:

- reducción y/o eliminación de gases disueltos (y posible modificación resultante del pH);
- adición de dióxido de carbono (con la consiguiente modificación del pH) o reincorporación del dióxido de carbono original presente al manar;
- reducción y/o eliminación de elementos constitutivos inestables como compuestos de hierro, manganeso, azufre (como SO o S--) y carbonato por encima del equilibrio calcocarbonado, en condiciones normales de temperatura y presión;
- adición de aire, oxígeno u ozono a condición de que la concentración de los subproductos resultantes del tratamiento de ozono esté por debajo de la tolerancia establecida en la Subsección 3.2.1;
- reducción y/o aumento de la temperatura;
- reducción y/o separación de elementos que en origen están presentes por encima de las concentraciones máximas o de los niveles máximos de radioactividad fijados según la Subsección 3.2.1.

3.1.1.2. Tratamientos antimicrobianos para las aguas definidas según su origen

Podrán utilizarse tratamientos antimicrobianos, individuales o combinados con el fin exclusivo de conservar la aptitud microbiológica original para el consumo humano, la pureza original y la inocuidad de las aguas definidas según su origen.

3.1.2 Modificaciones físicas y químicas y tratamientos antimicrobianos para las aguas preparadas

Las aguas preparadas podrán someterse a cualquier tipo de tratamiento microbiano u otros tratamientos que modifiquen las características físicas y químicas del agua original a condición de que los mismos den lugar a aguas preparadas que se ajustan a todas las disposiciones de las secciones 3.2 y 4 por lo que respecta a los requisitos de inocuidad química, microbiológica y radiológica de las aguas preenvasadas.

² Estos procedimientos comprenden las técnicas que se indican en la sección 4.1 del Código de Prácticas de Higiene para las

Aguas Potables Embotelladas/Envasadas (Distintas de las Aguas Minerales Naturales) con la condición de que dichas técnicas se ajusten a las disposiciones expuestas en la subsección 3.2.1 del presente Proyecto de Norma.

CODEX STAN 227 *Página 3 de 6*

3.2 CALIDAD QUÍMICA Y RADIOLÓGICA DE LAS AGUAS ENVASADAS

3.2.1 Límites para sustancias químicas y radiológicas en función de la salud

Ninguna agua envasada deberá contener sustancias o emitir radioactividad en cantidades que puedan resultar perjudiciales para la salud. A tal efecto, todas las aguas envasadas deberán ajustarse a los requisitos relacionados con la salud estipulados en la mayoría de las recientes "*Directrices para la calidad del agua potable*" publicadas por la Organización Mundial de la Salud.

3.2.2 Adición de minerales

Cualquier adición de minerales al agua antes de su envasado deberá ajustarse a las disposiciones que se expresan en la presente Norma y, cuando proceda, a las disposiciones de la *Norma General del Codex para los Aditivos Alimentarios* (CODEX STAN 192-1995, Rev. 1-1997) y/o de los *Principios Generales del Codex para la Adición de Nutrientes Esenciales a los Alimentos* (CAC/GL 9-1987).

4. HIGIENE

4.1 CÓDIGO DE PRÁCTICAS

Se recomienda que todas las aguas reguladas por las disposiciones de la presente Norma se capten, transporten, almacenen y, en su caso, se traten y envasen de acuerdo con el *Código Internacional Recomendado de Prácticas – Principios Generales de Higiene de los Alimentos* (CAC/RCP 1-1997, Rev.3-1997), y de acuerdo con el *Código de Prácticas de Higiene para las Aguas Potables Embotelladas/Envasadas (Distintas de las Aguas Minerales Naturales)* (CAC/RCP 48-2001).

4.2 APROBACIÓN E INSPECCIÓN DE LA FUENTE PARA LAS AGUAS DEFINIDAS SEGÚN SU ORIGEN

La aprobación o inspección iniciales de la fuente de las aguas definidas según su origen deberá basarse en un estudio científico apropiado que se adapte al tipo de recurso (hidrogeología, hidrología, etc.) y que se base en un reconocimiento topográfico de la fuente y de la zona de recarga que habrá de demostrar la inocuidad de la fuente, las instalaciones y operaciones de recogida. La inspección inicial de la fuente deberá confirmarse con carácter regular por el seguimiento periódico de los elementos constitutivos esenciales, la temperatura, el caudal (en el caso de manantiales naturales) y los factores químicos y radiológicos especificados en la subsección 3.2.1 y las normas microbiológicas establecidas de conformidad con la última edición de la "*Directrices para la Calidad del Agua Potable*" publicadas por la Organización Mundial de la Salud. Los resultados de la inspección de la fuente deberán ponerse a disposición del país importador si así lo solicita.

5. REQUISITOS DE ETIQUETADO

Además de la *Norma General del Codex para el Etiquetado de los Alimentos Preenvasados*

(CODEX STAN 1-1985, Rev.1-1991), se aplicarán las siguientes disposiciones:

5.1 NOMBRE DEL PRODUCTO

Los países podrán elegir nombres apropiados para los productos, que se especificarán en la legislación nacional, y reflejarán las expectativas del consumidor local que deriven de las prácticas culturales y tradicionales.

CODEX STAN 227 Página 4 de 6

Sin embargo, al establecer esos requisitos de etiquetado, habrá de prestarse atención a asegurar que cualquier producto que se ajuste a esta Norma podrá estar representado en una forma que refleje su clasificación dentro de la Norma y que no induzcan a error o engaño al consumidor.

5.1.1

El nombre del producto deberá ser según se indica a continuación, en función de su clasificación de conformidad con la sección 2.1.

5.1.1.1. Aguas definidas según su origen

Cualquier nombre o nombres apropiados en el caso de las aguas que cumplan los criterios expuestos en la subsección 2.1.1 y que se ajusten a los criterios adicionales establecidos por cada país, incluida la restricción del nombre de esas aguas a determinados nombres o sólo a uno de ellos. En el caso de mezclas de aguas procedentes de diferentes recursos ambientales, deberá etiquetarse cada recurso.

Sólo las aguas definidas según su origen, de acuerdo con la presente Norma, podrán estar representadas por nombres que se refieran a su origen o que den la impresión de un origen específico. Los nombres utilizados o elegidos por los países, de conformidad con la presente Norma, para denominar aguas preparadas no podrán aplicarse a aguas definidas según su origen y viceversa. Los criterios adicionales establecidos por los países para la definición de los nombres elegidos no podrán, en su caso, contravenir las disposiciones de la presente Norma.

5.1.1.2. Aguas preparadas

Cualquier nombre o nombres apropiados para designar aguas preparadas según la descripción de la Subsección 2.1.2 y que cumplan los criterios adicionales establecidos por cada país, incluida la restricción del nombre de esa agua a determinados nombres o sólo a uno de ellos.

5.1.2 Aguas carbonatadas**5.1.2.1.**

En la etiqueta deberán figurar las siguientes declaraciones respectivas de acuerdo con los criterios que se enuncian a continuación:

En el caso de las aguas subterráneas definidas según su origen, "*carbonatadas naturalmente*" o "*gaseosas naturalmente*" si, una vez envasadas, el dióxido de carbono se desprende espontánea y visiblemente en condiciones normales de temperatura y presión y dicho dióxido procede de la fuente en el punto de nacimiento y está presente en la misma concentración que tenía originalmente en el punto de nacimiento, con la posible reincorporación de gas de la misma fuente, teniendo en cuenta una tolerancia técnica de $\pm 20\%$. En el caso de las aguas subterráneas definidas según su origen, "*enriquecidas con dióxido de carbono*" si, una vez envasadas, el dióxido de carbono se desprende espontánea y visiblemente en condiciones normales de temperatura y presión y dicho dióxido procede de la fuente en el punto de nacimiento pero está presente en una concentración de al menos un 20% más de la cantidad presente originalmente en el punto de nacimiento, con una reincorporación posible de gas de la misma fuente.

En el caso de todas las demás aguas, "*carbonatadas*" o "*gaseosas*" si, una vez envasadas, el dióxido de carbono se desprende espontánea y visiblemente en condiciones normales de temperatura y presión y el dióxido de carbono no

procede en su totalidad de la misma fuente que la del agua en el punto de nacimiento.

CODEX STAN 227 Página 5 de 6

5.1.2.2.

Las palabras “*no carbonatada*” o “*no gaseosa*” o “*simple*” podrán aplicarse si, después del envasado, no hay salida visible y espontánea de dióxido de carbono en condiciones normales de temperatura y presión cuando se abre el envase.

5.2 REQUISITOS DE ETIQUETADO ADICIONALES

5.2.1 Composición química

Podrá declararse el contenido total de sustancias disueltas de las aguas envasadas en el recuadro principal de presentación. Por lo que respecta a las aguas definidas según su origen, en la etiqueta podrá declararse también la composición química que confiere las características al producto.

5.2.2 Ubicación geográfica

Cuando así lo exijan las autoridades competentes, habrá de declararse en la forma que prescribe la legislación aplicable la ubicación geográfica precisa del recurso ambiental específico y/o la procedencia del agua definida según su origen.

5.2.3 Agua preparada procedente de un sistema público de distribución de agua

Cuando el agua preparada sea suministrada por un sistema público o privado de abastecimiento de agua de grifo y luego se envase/embotelle sin que haya sido sometida a ningún otro tratamiento que modifique su composición original o a la que se haya añadido dióxido de carbono o fluoruro, en la etiqueta deberá figurar la expresión “*De un sistema público o privado de abastecimiento de agua*”, junto con el nombre del producto en el recuadro principal de presentación.

5.2.4 Tratamientos

Cuando así lo exijan las autoridades competentes, si un agua envasada/embotellada ha sido modificada por un tratamiento permitido antes de su envasado, en la etiqueta deberá declararse de la forma prescrita en la legislación aplicable, la modificación o el resultado del tratamiento.

5.3 PROHIBICIONES RELATIVAS AL ETIQUETADO

5.3.1

Con respecto a las propiedades del producto regulado por la presente Norma no podrán hacerse declaraciones relativas a los efectos medicinales (preventivos, paliativos o curativos). No podrán hacerse declaraciones de otros efectos beneficiosos en función de la salud del consumidor a menos que sean verdaderos y no induzcan a error o a engaño.

5.3.2

El nombre de la localidad, aldea o lugar específico no podrá formar parte del nombre comercial a no ser que se refiera a un agua definida según su origen captada en el lugar que designe ese nombre comercial.

5.3.3

Queda prohibido el empleo de cualquier declaración o cualquier signo ilustrativo que pueda crear

confusión en la mente del público o inducir a error o a engaño sobre la naturaleza, origen, composición y propiedades de las aguas envasadas puestas a la venta.

CODEX STAN 227 Página 6 de 6

6. MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO

Véase *Codex Alimentarius* Volumen 13.

