
	Procedimiento para la determinación de hierro total en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-038
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-11-28



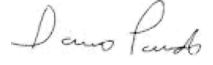
# Procedimiento para la determinación de hierro total en agua AOXLAB S.A.S.

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b> AOXLAB S.A.S	<b>Identificación:</b> PROC-TC-038
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> 2022-11-28

## DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-038 Procedimiento para la determinación de hierro total en agua

Copia controlada No. :

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
<b>Elaboró:</b>	Lorena Correa Restrepo	Líder de Laboratorio		2022-11-28
<b>Revisó:</b>	Angela P. Patiño Pérez	Directora Calidad		2022-11-28
<b>Aprobó:</b>	Dario Pardo Pardo	Director técnico		2022-11-28
<b>Localización del documento:</b>		<a href="http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/">http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/</a>		


## Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2018-12-21	1	Ninguno (versión original).	WFRP	DPP	YELP
Vigente	2022-11-28	2	Se cambia estilo según manual identidad.	LCR	APPP	DPP

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">PROC-TC-038</a>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2022-11-28</a>

## ÍNDICE

Sección	Página
1. OBJETIVO Y ALCANCE.	4
1.1 Objetivo.	4
1.2 Alcance.	4
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.	4
2.1 Definiciones.	4
2.2 Notaciones.	5
3. REFERENCIAS.	5
4. PATRONES DE MEDIDA.	5
5. INSPECCIÓN VISUAL	6
5.1 Revisión general.	6
5.2 Estabilización.	7
5.3 Verificación de patrones y otros equipos	7
5.4 Manejo del ítem.	7
5.5 Medidas de seguridad.	7
6. INSTRUCCIONES DE ENSAYO.	7
7. INFORME.	9
8. RESPONSABILIDADES.	9
8.1 director técnico	9
8.2 Líder de Calidad.	9
8.3 Líder de Laboratorio.	10
8.4 Analistas.	10
9. FORMATOS RELACIONADOS.	10
10. ANEXOS.	10

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">PROC-TC-038</a>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2022-11-28</a>

## 1. OBJETIVO Y ALCANCE.

### 1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar el ensayo de análisis Test hierro fotométricamente por medio de Spectroquant<sup>®</sup>. Este procedimiento es análogo a APHA 3500-Fe B, DIN 38406-1 y a la norma ISO/IEC 17025:2017[1].

### 1.2 Alcance.

Este procedimiento aplica para aguas subterráneas y superficiales, agua de mar, agua potable, aguas industriales, aguas residuales, y de infiltración, alimentos.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método
Spectroquant <sup>®</sup> Test hierro	APHA 3500-Fe B, DIN 38406-1	Espectrofotometría

### Intervalo de medida y numero de determinaciones

Cubeta mm	Intervalo de medida mg/ de Cl-	Numero de determinaciones
50	0.010 – 1, 000	150
20	0.05 – 2,50	
10	0,10 – 5,00	

## 2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

### 2.1 Definiciones.

#### Calibración [3].


Operación que, bajo condiciones especificadas, en un primer paso, establece una relación entre los valores de las magnitudes con su incertidumbre de medición provista por patrones de medición y las indicaciones correspondientes con incertidumbres de medición asociadas y, en segundo paso, usa esta información para establecer una relación para obtener un resultado de medición de una indicación.

#### Documento [2].

Información y su medio de soporte.

#### Ensayo/prueba [2].

Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento.

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-038</b>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2022-11-28</b>

**Procedimiento [2].**

Forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.

**Verificación [3].** Aportación de evidencia objetiva de que un elemento dado satisface los requisitos especificados

**Blanco [6].**

Material que es similar en matriz y estado físico de preparación a las muestras que están siendo analizadas como muestras problema, pero que no contiene el analito nativo y que es usado con el propósito de dar seguimiento a diferentes aspectos del proceso analítico.

**Documento [2].**

Información y su medio de soporte.

**Espectrofotómetro**

Instrumento utilizado para determinar a qué longitud de onda la muestra absorbe la luz y la intensidad de la absorción. Aunque varían en el diseño, todos los espectrofotómetros consisten en una fuente de luz, un selector de longitud de onda, un contenedor transparente en el cual se deposita la muestra, un detector de luz y el medidor.

**Disgregación:** Es un procedimiento por medio del cual, una muestra o residuo insoluble se pone en contacto con otras sustancias sólidas, por lo general mezclas salinas, o con ácidos fuertes o sus mezclas en condiciones muy enérgicas. En general, los disgregantes son sustancias muy reactivas a lo que se le agrega la acción de la temperatura y en algunos casos de la presión (bombas Parr).

**2.2 Notaciones.**

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

**“Laboratorio”:** se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S.


**“Servicios”:** para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

**“Ítem”:** se refiere a los objetos o materiales bajo ensayo.

**3. REFERENCIAS.**

[1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.

[2] ISO 9000:2015 Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad-- Fundamentos y vocabulario.

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">PROC-TC-038</a>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2022-11-28</a>

[3] VIM: 2012, International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms.

[4] ISO/IEC 17000:2004 Conformity assessment -- Vocabulary and general principles.

[5] ISO/TR 10013:2001 Guidelines for quality management system documentation.

#### 4. PATRONES DE MEDIDA.

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes, equipos y componentes clave:

No. Inventario	Equipos y/ o materiales	Marca	Modelo	No. Serie
	Spectroquant			
	Vortex			

#### 5. INSPECCIÓN VISUAL.

##### 5.1 Revisión general.

Al recibirse la muestra en el Laboratorio, éste es inspeccionado a fin de asegurar que se garantizan las condiciones conforme lo indicado en el procedimiento PROC-TC-008 "Procedimiento de aseguramiento de integridad de los ítems bajo servicio".


Antes de iniciar el análisis, se debe verificar que la muestra se encuentra empacada y sellada herméticamente, y etiquetada con el sticker de identificación interna del laboratorio, también verificar que se cuente como mínimo con 20g de muestra para realizar el respectivo análisis.

En caso de que la muestra no presente alguna de estas condiciones, realizar la observación en el FOR-TC- 014 "Formato para el almacenamiento de datos primarios y resultados de análisis microbiológicos"

Los patrones y equipos de referencia del laboratorio a intervenir en el ensayo y la muestra se mantienen en el lugar de ensayo, y encendidos (si es el caso), antes de realizar las mediciones, a fin de lograr su operación óptima o estabilización térmica

##### 5.2 Estabilización.

Una vez revisada la muestra, se aplican las siguientes instrucciones:

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">PROC-TC-038</a>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2022-11-28</a>

Los patrones y equipos de referencia del laboratorio a intervenir en el ensayo y la muestra se mantienen en el lugar de ensayo, y encendidos (si es el caso), antes de realizar las mediciones, a fin de lograr su operación óptima o estabilización térmica.

### 5.3 Verificación de equipos.

A fin de confirmar que los equipos a utilizar en el ensayo se encuentran en condiciones adecuadas para realizar el servicio, se inspecciona que se haya realizado la verificación diaria, teniendo en cuenta los factores de corrección obtenidos del certificado de la última calibración.

### 5.4 Manejo de la muestra

Para la identificación, manejo, transporte, almacenamiento y preparación de la muestra se siguen las siguientes instrucciones del procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.

### 5.5 Medidas de seguridad.

Se deben seguir las siguientes medidas de seguridad antes y durante la realización del servicio: Verificar que el sticker de calibración y mantenimiento del equipo se encuentre vigente (ubicados en el módulo 1 del laboratorio) y no requiere alguna intervención, En caso de que se encuentre alguna anomalía al respecto, dar aviso a la Dirección Técnica a través del Líder de Laboratorio.


Durante el análisis tener en cuenta que se debe seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar ningún parámetro.

Tener en cuenta las instrucciones dadas en el reglamento interno de trabajo PROC-GC-015 Reglamento Interno AOXLAB S.A.S, capítulo IX.

## 6. INSTRUCCIONES DE ENSAYO.

El ensayo del ítem se realiza de la siguiente manera:

- Analizar las muestras inmediatamente después de la toma de muestras.
- El hierro no disuelto o unido en forma de complejo puede determinarse después de la preparación de la muestra con uno de los crack sets Spectroquant. Durante la disgregación no añadir el reactivo R-3 (del crack Set 10) o el reactivo R-2 2k (del crack Set 10C)
- El valor de pH debe encontrarse en el intervalo de 2-8. Si es necesario, ajustar con solución diluida de amoníaco o con ácido nítrico.
- Comprobar el contenido de hierro con el test hierro MQuant™

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-038</b>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2022-11-28</b>

- Las muestras con mas de 5,00 mg/l de Fe deben diluirse con agua destilada antes de la disgregación.
- Filtrar las muestras turbias.

### Técnica

La determinación de hierro (II) así como la determinación de la suma de hierro (II) + hierro (III) pueden realizarse en la misma muestra cómo se indica más adelante. El contenido de hierro (III) se puede calcular a partir de los resultados de estas dos determinaciones.

1. muestra preparada (5-40°C)	8,0 ml	pipetear en un tubo de ensayo
2. Reactivo Fe-1	1 gota	Añadir y mezclar
3. Reactivo Fe-2	0,50 ml	Añadir con pipeta y mezclar
suma hierro (II) +hierro (III): continuar a partir de paso a paso 5.		
Determinación de		Hierro (II): solo paso 4, Hierro (III): pasos 4 - 6 y calculo
4. dejar en reposo 5 minutos (tiempo de reacción A), luego introducir la muestra de medición en la cubeta y medir en el fotómetro: resultado A		
5. Reactivo Fe-3	1 dosis	añadir y agitar vigorosamente hasta que el reactivo se haya disuelto completamente
6. dejar en reposo 10 minutos (tiempo B), luego introducir la muestra de medición en la cubeta y medir en el fotómetro: resultado B		

Calculo del contenido de hierro (III):

$$\text{mg/l de Fe (III)} = \text{resultado B} - \text{resultado A}$$


- **Aseguramiento de la calidad**

Para comprobar el sistema fotométrico de medición (reactivos del test, dispositivo de medición, manipulación) y el modo de trabajo pueden usarse el combiCheck 30 Spectroquant. Además de una solución patrón con 1,00 mg/l de Fe, este articulo también contiene una solución de adición para determinar las interferencias dependientes de la muestra (efecto matriz)

### Datos característicos de calidad

En el control de producción se determinaron los siguientes datos según ISO 8466-1 y DIN 38402 A51 (cubeta de 10 mm)

Desviación estándar del procedimiento (mg/l de Fe)	±0,015
--	--------

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b>  <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">PROC-TC-038</a>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2022-11-28</a>

Coeficiente de variación del procedimiento (%)	±0,59
Intervalo de confianza (mg/l de Fe)	±0.4
Número de lotes	22

#### Datos característicos del procedimiento:

	intervalo de medida mg/l de Cl <sub>2</sub>	
	0,010 – 1,000	0,10-5,00
Sensibilidad: absorbancia 0,010 A corresponde a (mg/de Fe)	0,011	0,06
Exactitud de un valor de medición (mg/de Fe)	máx.±0,024	máx.±0,12

#### .7. INFORME

Reportar los datos primarios en el FOR-TC-014 Formato para el almacenamiento de datos primarios y resultados de análisis microbiológicos

Luego de tener los resultados estos se presentan conforme el formato FOR-TC-011 Formato de informe de ensayo.

Se aplican los criterios de aceptación/rechazo según la normativa vigente para cada matriz y/o muestra a analizar.

#### 8. RESPONSABILIDADES.

##### 8.1 Director técnico.


Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.

Aprobar los informes técnicos una vez han sido revisados por el Líder de Laboratorio.

##### 8.2 Líder de Calidad.

Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.

##### 8.3 Líder de Laboratorio.

	<b>Procedimiento para la determinación de hierro total en agua</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <a href="#">PROC-TC-038</a>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <a href="#">2022-11-28</a>

Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.

Revisar los resultados ingresados por el analista, haciendo seguimiento de la trazabilidad del análisis.

#### **8.4 Analista.**

Aplicar el presente documento llevando a cabo todas las instrucciones y reglamentos del laboratorio, ingresar los resultados en los tiempos pactados, entregar formatos de datos primarios completamente diligenciados al líder del laboratorio.

Realizar revisión de datos primarios y cálculos realizados, informar al líder del laboratorio en caso de observar alguna desviación en los resultados obtenidos teniendo en cuenta las cartas de control.

#### **9. FORMATOS RELACIONADOS.**

FOR-TC-011 Formato de informe de ensayo.

PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio

#### **10. ANEXOS.**

No aplica