
	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua

AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12


DOCUMENTO CONTROLADO
PROC-TC-178
Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua

Copia controlada No. 1:

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Lorena Correa Restrepo	Líder de laboratorio	<i>LORENA CORREA R</i>	2022-12-12
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora Calidad	<i>Angela PPP.</i>	2022-12-12
Aprobó:	Dario Pardo Pardo	Director técnico	<i>Dario Pardo</i>	2022-12-12
Localización del documento:		http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/		


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).	SABU	DPP	YELP
Vigente	2022-12-12	2	Se cambia estilo según manual identidad	LCR	APPP	DPP

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

ÍNDICE

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.....	6
4. DESARROLLO.....	7
4.1 EQUIPOS DE MEDICIÓN.....	7
4.2 Condiciones generales.....	7
4.2.1 Revisión general.....	7
4.2.2 Estabilización.....	7
4.2.3 Verificación de equipos.....	7
4.2.4 Manejo de la muestra.....	8
4.2.5 Medidas de seguridad.....	8
4.3 Instrucciones de ensayo.....	8
4.3.1 Materiales, reactivos y/o soluciones.....	8
4.3.1.1 Materiales.....	8
4.3.1.2 Reactivos.....	9
4.3.1.3 Soluciones.....	9
4.3.2 Preparación del espectrofotómetro Spectroquant® Prove 300.....	9
4.3.3 Análisis.....	9
4.4 Informe.....	9
4.5 Control de la calidad.....	10
4.5.1 Verificación de la calibración.....	10
4.5.2 Blancos.....	10
4.5.3 Adicionados.....	10
5. RESPONSABILIDADES.....	10
5.1 Director técnico.....	10
5.2 Líder de Calidad.....	11
5.3 Líder de Laboratorio.....	11
5.4 Analista.....	11
6. FORMATOS RELACIONADOS.....	12

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

7. ANEXOS.....12

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar el ensayo de Sulfatos en agua, utilizando el kit Spectroquant[®] test sulfatos 1.02537.0001, procedimiento análogo a EPA 375.4, APHA 4500-SO₄²⁻- E y ASTM D516-16., de acuerdo con los requisitos establecidos en la norma ISO/IEC 17025:2017[1].

1.2 Alcance.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método
Spectroquant [®] Test sulfatos	1.02537.0001, procedimiento análogo a EPA 375.4, APHA 4500- SO ₄ ²⁻ - E y ASTM D516-16	Espectrofotométrico

Este procedimiento aplica para aguas subterráneas, superficiales, agua de mar (tras dilución), agua potable, agua mineral, aguas industriales, aguas residuales, y de infiltración.

El intervalo de trabajo del método es de 5 mgSO₄²⁻/L a 300 mgSO₄²⁻/L

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].

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

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

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 de reactivos [4].

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.

Blanco fortificado de laboratorio (estándar de control de laboratorio) [4].

Muestra de agua grado reactivo, a la cual se ha adicionado una cantidad conocida de los analitos de interés. Incluye también los preservantes propios asociados.

Documento [2].

Información y su medio de soporte.

Duplicado de muestra / duplicado de Matriz de laboratorio fortificada [4].

Muestra seleccionada aleatoriamente, para ser analizada dos veces de manera independiente, con el propósito de evaluar la precisión del ensayo. Si no es frecuente la presencia del analito en la matriz, debe prepararse una matriz de laboratorio fortificada y ensayarse de manera independiente.

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 de 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.

Matriz de laboratorio fortificada [4].

Porción adicional de Muestra a la cual se ha enriquecido con una cantidad adicional de los analitos de interés, antes de su preparación para el ensayo.


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

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

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.
- [3] VIM: 2012, International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms.
- [4] APHA/AWWA/WPCF. 2017. Standard methods for the examination of water and wastewater. 23rd Ed. American Public Health Association, Washington, D. C.

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

4. DESARROLLO

4.1 EQUIPOS DE MEDICIÓN.

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

Equipos y/o componentes clave	Especificación
Spectroquant* Prove 300	Uso a 420 nm
Agitador Vortex	Alta velocidad de agitación
Micropipeta de 10 ml	volumen variable
Micropipeta de e 1 ml	volumen variable

4.2 Condiciones generales

4.2.1 Revisión general.

Al recibirse la muestra en el Laboratorio, ésta es inspeccionada con el fin de verificar que las condiciones de cantidad, recipiente y preservación se mantienen, 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 se cuenta con mínimo 150 mL de muestra para realizar este análisis.

En caso de que la muestra no presente alguna de estas condiciones, realizar la observación en el FOR-TC- 010 "Formato para el registro de datos primarios de aguas", e informar de inmediato al líder comercial a través del Líder de laboratorio.


4.2.2 Estabilización.

Los ítems de ensayo, patrones y controles de calidad deben atemperarse con suficiente antelación de tal manera que se encuentren en equilibrio térmico con el ambiente en el cual se ejecutarán los ensayos.

La balanza analítica y otros equipos electrónicos que realicen mediciones de alguna magnitud correspondiente a condiciones de influencia en la ejecución del ensayo deben encenderse por lo menos media hora antes de su uso. Así mismo, deben verificarse los equipos, de acuerdo con lo establecido en el numeral 4.2.3

4.2.3 Verificación de equipos.

Antes de iniciar el ensayo, debe verificarse que el estado de funcionamiento de los equipos sea adecuado. Esto puede llevarse a cabo revisando que cuenten con la etiqueta de mantenimiento vigente y que estos no tengan alguna etiqueta que lo identifique como "Fuera de servicio". Además, en el caso en el cual se lleve el control de uso, deben revisarse los últimos registros consignados en el formato FOR-TC-017, con el propósito de verificar que no se han registrado fallas en el funcionamiento. Si algún equipo es utilizado para la medición de alguna magnitud de influencia en el ensayo, este debe estar

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

calibrado. Por tanto, se debe verificar la etiqueta de calibración adherida a este, y comprobar que se encuentre vigente.

Así mismo, debe verificarse que se haya realizado y registrado la verificación diaria de la balanza analítica en el formato FOR-TC-005

Además de lo anterior, debe verificarse la fecha de expiración de los patrones, materiales de referencia y controles de calidad empleados en el ensayo con el fin de evitar el uso de materiales vencidos.

4.2.4 Manejo de la muestra.

Para la identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte de la muestra, se siguen las instrucciones dadas en el procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.

Al tomar de la porción de análisis, la muestra debe estar a temperatura ambiente y correctamente homogeneizada mediante agitación mecánica, y con la ayuda de una probeta tomar la cantidad necesaria de muestra.

El valor de pH debe encontrarse en el intervalo de 2-10. Si es necesario, ajustar con solución diluida de amoníaco o con ácido nítrico. Si la muestra se encuentra turbia, filtrar un volumen mínimo de 25 ml a través de una membrana de 0.45 μ m.

4.2.5 Medidas de seguridad.

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.

4.3 Instrucciones de ensayo.

4.3.1 Materiales, reactivos y/o soluciones:

4.3.1.1 Materiales

- Membranas para jeringa de tamaño de poro de 0.45 μ m (una por ítem de ensayo)
- Vaso de precipitados de 100 ml (2)
- Balón aforado de 500 ml (1)
- Vasos de precipitados de 10 ml
- Probeta graduada de 50 ml (1)
- Puntas para micropipeta de 10 ml (30)
- Puntas para micropipeta de 1 ml (30)
- Jeringas plásticas de 10 ml (una por ítem de ensayo)
- Tubos falcon plásticos de 15 ml (uno por ítem de ensayo)

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

- Spectroquant® Test sulfatos 1.02537.0001 (Merck)
- Celda rectangular de vidrio o cuarzo con paso óptico de 10 mm

4.3.1.2 Reactivos

- Sulfato de sodio (NaSO₄) grado reactivo analítico
- Reactivo SO₄-1
- Reactivo SO₄-2
- Agua Tipo 1


4.3.1.3 Soluciones

4.3.1.3.1 Solución estándar de 100 mgSO₄²⁻/L

Pesar 0.1479 g de sulfato de sodio anhidro y diluir en un balón volumétrico de 1000 mL con agua purificada.

Descarte la solución si observa algún precipitado o hay algún cambio en su apariencia o concentración.


4.3.2 Preparación del espectrofotómetro Spectroquant® Prove 300

- Encienda el equipo de la parte trasera, presionando una (1) sola vez.
- Espere que realice la autoprueba, si no comienza presione el icono de play 
- Al terminar la autoprueba inserte el autoselector en el orificio destinado para ello asegurándose que el código QR esté de frente.
- En la pantalla aparecerá el método de lectura y las unidades, cerciórese que sean las indicada.

4.3.3 Análisis

- Con ayuda de la micropipeta de 10 ml, adicionar 5 mL de muestra a un tubo falcon de 15 mL.
- Añadir 0.5 mL de Reactivo SO₄-1 con la micropipeta de 1 ml y agitar.
- Agregar una microcucharada rasa del Reactivo SO₄-2 y agitar.
- Dejar en reposo exactamente 2 minutos (tiempo de reacción).
- Realizar lectura en el espectrofotómetro en una celda de 10 mm.

4.4 Informe

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

Los resultados se analizan de la siguiente manera:

Los datos serán registrados en el formato FOR-TC-010 "Formato para el registro de datos primarios de aguas".

El registro del espectrofotómetro, en formato PDF, se guardará en la carpeta <Reportes Spectroquant> en la siguiente ruta:
 \Red\FILESERVER\Compartida\Publico\laboratorio\REGISTROS\REGISTROS RT\Reportes Spectroquant\Reportes Spectroquant.

4.5 Control de la calidad

4.5.1 Verificación de la calibración

Para asegurar y controlar la validez de los resultados, se debe analizar, por cada 20 muestras o menos, un estándar de control $100 \text{ mgSO}_4^{2-}/\text{L}$, el cual se prepara según lo establecido en el numeral 4.3.1.3.1. El resultado de estos estándares debe registrarse inmediatamente después de realizar el análisis en el cuadro de mando SOFT-TC-058 y realizar el análisis de tendencias de la carta control, siguiendo el procedimiento PROC-TC-077. Como regla general, el resultado no debe diferir en más de un 5% de su concentración teórica.

4.5.2 Blancos

Analizar un blanco de método por cada 20 muestras o menos. Los resultados obtenidos no deben superar el valor de $2.5 \text{ mgSO}_4^{2-}/\text{L}$.

4.5.3 Adicionados

Por cada lote de 20 muestras o menos, deben analizarse muestras fortificadas a un nivel de $100 \text{ mgSO}_4^{2-}/\text{L}$. La preparación de estas muestras debe realizarse las instrucciones establecidas en los numerales 4.3.1.3.1, pero sustituyendo el agua tipo 1, por la muestra. Las muestras adicionadas deben analizarse por duplicado de manera independiente y una vez realizados los ensayos deben registrarse los resultados en el cuadro de mando SOFT-TC-058. Realizar el análisis de tendencias de la carta control de precisión, siguiendo el procedimiento PROC-TC-077. Como regla general, el resultado no debe diferir en más de un 5% entre los duplicados.


5. RESPONSABILIDADES.

5.1 Director técnico.

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

Revisar y aprobar los informes técnicos una vez han sido revisados por el Líder de Laboratorio.

Asesorar y orientar los analistas en la resolución de dudas e inconvenientes surgidos durante el desarrollo de los ensayos.

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

Realizar o revisar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método y autorizar las indicaciones a seguir.

Establecer los casos en los cuales se realiza la retención de muestras.

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.

5.2 Líder de Calidad.

Realizar y registrar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método.

Archivar los registros técnicos relacionados con los ensayos.

5.3 Líder de Laboratorio.

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 (Cuadros de mando, formato de solicitud de servicio y salvaguardia de muestras, formatos de datos primarios) antes de enviar el informe final al director técnico.

Revisar los resultados obtenidos del aseguramiento de calidad del método.

Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.

Informar al director técnico las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.

Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder de calidad y al director técnico.

Informar los casos en los que se deben de retener las muestras.

Supervisar el cumplimiento de las actividades de aseguramiento de calidad.

5.4 Analista.

Seguir todas las instrucciones establecidas en este procedimiento y en el reglamento del laboratorio

Ingresar y entregar todos 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 en los cuadros de mandos, informar al líder del laboratorio en caso de observar alguna desviación en los resultados obtenidos teniendo en cuenta las cartas control.

Registrar los resultados de los ensayos de control de calidad y hacer el análisis de tendencias de estos.

Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.

Revisar los resultados obtenidos del aseguramiento de calidad del método.

Informar al líder de laboratorio las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.

	Procedimiento para la determinación de sulfatos en agua AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-178
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2022-12-12

Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder del laboratorio.

Informar cualquier incidente que suceda durante la realización del método.

Revisar que los equipos usados en el desarrollo del método tengan mantenimiento, calibración y/o verificación vigente, de acuerdo con el programa de mantenimiento y calibración.

6. FORMATOS RELACIONADOS.

FOR-TC-010 "Formato para el registro de datos primarios de aguas"

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

7. ANEXOS.

Inserto "Spectroquant. Test sulfatos" de Merck.