


aoxlab	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO ₃ ⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10


Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B

AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO ₃ ⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10


DOCUMENTO CONTROLADO
FOR-GC-008251 Procedimiento de análisis
fisicoquímico, determinación de nitratos, método
colorimétrico 4500-NO₃⁻ B

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	[Jonatan Zárate Álvarez	[Director Técnico		[2024-09-10
Revisó:	[Ángela P. Patiño Pérez	[Directora de Calidad		[2024-10-10
Aprobó:	[Jonatan Zárate Álvarez	[Director Técnico		2024-10-10
Localización del documento:		Plataforma SGC		


Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2024-10-10	1	Ninguno (versión original).	JOZA	APPP	JOZA

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

ÍNDICE

1.1	Objetivo.....	4
1.2	Alcance.....	4
2.	DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	4
2.1	Definiciones.....	4
2.2	Notaciones.....	4
3.	REFERENCIAS.....	5
4.	DESARROLLO.....	5
4.1	Manejo de ítems de ensayo.....	5
4.1.2	Inspección visual.....	5
4.1.3	Estabilización.....	5
4.1.4	Verificación de equipos.....	5
4.1.5	Medidas de seguridad.....	6
4.1.6	Interferencias.....	6
4.2	Fundamento del método.....	6
4.2.1	Interferencias.....	6
4.3	Equipos e insumos.....	7
4.4	Procedimiento.....	7
4.4.1	Preparación de la muestra.....	7
4.4.4	Procedimientos de determinación.....	8
4.5	CÁLCULO.....	9
5.	RESPONSABILIDADES.....	9
6.	FORMATOS RELACIONADOS.....	10
7.	ANEXOS.....	10

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Determinar la cantidad de nitratos presentes en agua tratada, agua envasada y agua cruda.

1.2 Alcance.

Métodos de Prueba	Método de referencia	Técnica o Método
El método es aplicable a muestras de agua tratada, agua envasada y agua cruda.	SM 4500 NO3 B [1]	Espectrofotométrico

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

Nitratos [3]: Los iones nitrato se encuentran en concentraciones variables en el agua potable, subterránea, superficial y residual, y también se encuentran en los procesos de las plantas de tratamiento biológico de aguas residuales y en determinadas aguas residuales industriales, en estas últimas también en concentraciones más elevadas.

Ensayo [2]: Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento.

Procedimiento [2]: Forma especificada para llevar a cabo una actividad o un proceso.

Documento [2]: Información y su medio de soporte.


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 de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

3. REFERENCIAS.

- [1] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 24th Edition. 2023
[2] ISO 9000:2015 Quality management systems — Fundamentals and vocabulary.
[3] DIN 38405-9:2011-09 Métodos estándar alemanes para el análisis de agua, aguas residuales y lodos - Aniones (grupo D) - Parte 9: Determinación espectrométrica de nitrato (D 9).

4. DESAROLLO.

4.1 Manejo de ítems de ensayo

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". Las muestras deben ser tomadas mediante toma puntual en envase de polietileno o vidrio y debe contarse con un volumen mínimo de 300 mL. Las muestras deben preservarse mediante refrigeración a una temperatura inferior a 6°C y se recomienda analizarlas dentro de las 24 horas posteriores a la toma de la muestra. En ningún caso, debe analizarse en un tiempo superior a 14 días.

4.1.2 Inspección visual


Al recibirse la muestra en el Laboratorio, ésta es inspeccionada a fin de asegurar que las condiciones de cantidad, empaque y preservación se mantienen, conforme lo indicado en el procedimiento en el numeral anterior y en el documento PROC-TC-008 "Procedimiento de aseguramiento de integridad de los ítems bajo servicio"

4.1.3 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 ejecutaron los ensayos.

4.1.4 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 de la balanza analítica y las verificaciones de las micropipetas y dosificadores que se usarán. Para asegurar la calidad de los resultados, es necesario que el pH metro se encuentre calibrado y al día en sus controles, de acuerdo con lo especificado en el programa de mantenimiento y calibración del laboratorio. Para lo anterior, se debe verificar que la etiqueta de calibración y mantenimiento de los equipos se encuentre vigente. En caso de requerirse, compruebe la información relativa a los equipos en la plataforma Analítica

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

4.1.5 Medidas de seguridad.

Se deben seguir las siguientes medidas de seguridad antes y durante la realización del servicio:

Verificar que todos los reactivos preparados en el laboratorio al momento de realizar el ensayo o los que se encontraban almacenados se encuentren vigentes e identificados con la información necesaria, empleando el formato FOR-TC-024 "Formato para rotular reactivos elaborados en el laboratorio". En caso de que se encuentre alguna anomalía al respecto, avisar 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 "Procedimiento Reglamento Interno de Trabajo", capítulo XIII.

4.1.6 Interferencias

Los jabones, materia aceitosa, solidos suspendidos y precipitados pueden ensuciar el electrodo y causar una respuesta demorada. En estos casos se debe dar mayor tiempo para que el electrodo entre en equilibrio o limpiar el electrodo de manera ocasional. De ninguna manera diluir, filtrar, concentrar o en general alterar la muestra.


4.2 Fundamento del método

Utilice esta técnica únicamente para analizar muestras con bajo contenido de materia orgánica (es decir, aguas naturales no contaminadas y suministros de agua potable). La curva de calibración de NO₃⁻ sigue la ley de Beer-Lambert hasta 11 mg NO₃-N/L.

La medición de la absorción de rayos UV a 220 nm permite a los analistas determinar el NO₃⁻ rápidamente. Tenga en cuenta que la materia orgánica disuelta también puede absorber a 220 nm, pero el NO₃⁻ no absorbe a 275 nm, por lo que se puede realizar una segunda medición a 275 nm y utilizarla para corregir el valor de NO₃⁻, si es necesario. El alcance de esta corrección empírica está relacionado con la naturaleza y la concentración de la materia orgánica y puede variar de un agua a otra, por lo que este método no se recomienda si se requiere una corrección significativa. Sin embargo, la medición de la absorción de rayos UV puede ser útil para monitorear los niveles de NO₃⁻ en un cuerpo de agua con un tipo constante de materia orgánica.

4.2.1 Interferencias

Las interferencias potenciales incluyen materia orgánica disuelta, surfactantes, NO₂⁻, cromo hexavalente [Cr(VI)] y varios iones inorgánicos que normalmente no se encuentran en el agua natural, como clorito y clorato. Los factores de corrección para la absorbancia

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

de materia orgánica se pueden establecer mediante el método de adiciones combinado con el análisis del contenido original de NO₃⁻ mediante otro método. La filtración de la muestra elimina la interferencia causada por partículas suspendidas. La acidificación con ácido clorhídrico (HCl) 1 M a pH <2 evita la interferencia de concentraciones de hidróxido o carbonato de hasta 1000 mg de carbonato de calcio (CaCO₃) por litro. El cloruro no afecta la determinación.

Compensación de sustancias inorgánicas mediante el análisis independiente de sus concentraciones y la preparación de curvas de corrección individuales. Filtración de muestras turbias. Comprobación de la contaminación por NO₃⁻ en los filtros.

4.3 Equipos e insumos

- Spectroquant Prove 600 uso 220 y 275 nm
- Celda de cuarzo 10mm
- Balones volumétricos de 50, 100, 1000 mL
- Micropipeta de 1mL, volumen variable.
- Micropipeta de 10mL, volumen variable.
- Frasco lavador
- Agitador magnético con barra agitadora de PTFE (opcional).
- Solución estándar de nitratos 1000mg/L
- Ácido Clorhídrico (HCl) 37%
- Solución de ácido clorhídrico 1M: diluya 83 mL de HCl 37% y afore a 1000 mL. con agua desionizada. Conservar en un frasco de vidrio o polietileno de alta densidad (HDPE). La solución es estable durante 1 año si se mantiene cerrada.
- Agua Desionizada

4.4 Procedimiento


4.4.1 Preparación de la muestra

Registrar la identificación de la muestra en el formato FOR-TC-191 "Formato para el registro de datos primarios para Nitratos Espectrofotométrico". Terminar de diligenciar dicho formato de acuerdo con las instrucciones de llenado presentes en el mismo. Todo esto asegurando la trazabilidad del procedimiento de acuerdo con las políticas del laboratorio.

4.4.2 Selección del tamaño de la muestra

A 50 mL de muestra transparente (filtrada si es necesario), agregue 1 mL de solución de HCl 1 M y mezcle bien.


4.4.3 Preparación de Estándares

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

Prepare estándares de calibración de NO₃⁻ en el rango de 0 a 7 mg NO₃-N/L diluyendo a 50 mL los siguientes volúmenes de solución intermedia de NO₃⁻: 0, 1,00, 2,00, 4,00, 7,00 mL. También se pueden utilizar otras concentraciones de estándares. Trate los estándares de NO₃-N de la misma manera que las muestras.

4.4.4 Procedimientos de determinación

Lea la absorbancia, ajustando el blanco con agua desionizada a una longitud de onda de 220nm, luego las muestras y a 275nm lea para la determinación de muestras con interferencias por materia orgánica disuelta.

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

4.5 CÁLCULO

Para las muestras y los estándares, reste dos veces la lectura de absorbancia a 275 nm de la lectura a 220 nm para obtener la absorbancia debida al NO₃-N. Si el valor de corrección es mayor que el 10 % de la lectura a 220 nm para una muestra en particular, entonces la concentración de NO₃-N se considera una estimación aproximada. Registre los resultados obtenidos en el SOFT-TC-167 "Cuadro de mando para el ensayo de Nitratos en aguas" donde se registra la pendiente y la intersección de la curva de calibración mediante regresión lineal de mínimos cuadrados. Calcule la concentración de NO₃-N a partir de la siguiente ecuación:

$$\text{Nitratos como } \frac{\text{mg NO}_3^- - N}{L} = \frac{A - I}{S}$$

Donde:

A = absorbancia,

I = intersección de la línea de regresión, y

S = pendiente de la línea de regresión.

5. RESPONSABILIDADES.

Director de 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.
- 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.

Director de Calidad

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

Líder de Laboratorio

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

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método colorimétrico 4500-NO₃⁻ B AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-251
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

- 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.
- 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.

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.

6. FORMATOS RELACIONADOS

FOR-TC-191 Formato para el registro de datos primarios de Nitratos en aguas
SOFT-TC-167 Cuadro de mando para el ensayo de Nitratos en aguas

7. ANEXOS.

No aplica