


aoxlab	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10




Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos – Supelco

AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10


DOCUMENTO CONTROLADO
FOR-GC-008254 Procedimiento de análisis
fisicoquímico, determinación de nitratos, método
por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos -
Supelco

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	[Jonatan Zárate Álvarez	[Director Técnico		[2024-10-10
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 por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		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.	DESAROLLO.....	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.....	7
4.3	Equipos e insumos.....	7
4.4	Procedimiento.....	8
4.4.1	Preparación de la muestra.....	8
4.4.3	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 por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		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.	kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos – Supelco [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 por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

3. REFERENCIAS.

- [1] Spectroquant® Test Nitratos. 1.09713.0002 Supelco. Septiembre 2024
[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

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

vigente. En caso de requerirse, compruebe la información relativa a los equipos en la plataforma Analítica

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, sólidos 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

Los iones nitrato reaccionan en soluciones de ácido sulfúrico y fosfórico con 2,6-dimetilfenol para formar 4-nitro-2,6-dimetilfenol en un tiempo de reacción de aproximadamente 5 minutos.

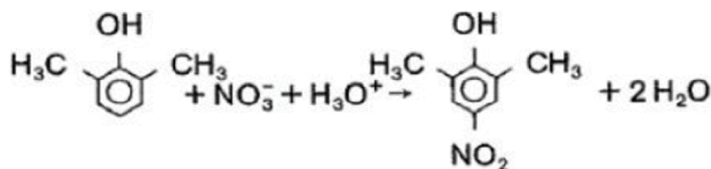


Figura 1 - Ecuación de reacción para la nitración de 2,6-dimetilfenol

El 4-nitro-2,6-dimetilfenol resultante se mide a una longitud de onda de 338 nm.

aoxlab	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

4.2.1 Interferencias

Ésta se comprobó de forma individual en soluciones con 10 y con 0 mg/l de NO₃-N. Hasta las concentraciones de sustancias extrañas indicadas en la tabla la determinación todavía no es interferida. No se han controlado efectos cumulativos; sin embargo, éstos no pueden ser excluidos. Consulte la Tabla 1 [1].


Concentración de sustancias extrañas en mg/l o en %					
Al ³⁺	1000	Hg ²⁺	100	Tensioactivos ²⁾	1000
Ca ²⁺	500	Mg ²⁺	1000	DQO (K-hidrogeno-ftalato)	500
Cd ²⁺	250	Mn ²⁺	1000	Sustancias orgánicas (glucosa)	500
Cl⁻	1000	NH ₄ ⁺	1000	Na-acetato	25 %
CN ⁻	100	Ni ²⁺	500	NaCl	0,2 %
Cr ³⁺	500	NO₂⁻	5¹⁾	Na ₂ SO ₄	25 %
Cr₂O₇²⁻	50	Pb ²⁺	100		
Cu ²⁺	500	PO ₄ ³⁻	1000		
F ⁻	1000	SiO ₃ ²⁻	500		
Fe ³⁺	100	Zn ²⁺	1000		

- 1) En caso de concentraciones más elevadas eliminar los iones nitrito según el Nota 1.
- 2) ensayo con tensioactivos no iónicos, catiónicos y aniónicos

Nota 1: Si es necesario, eliminar los iones nitrito interferentes (las cantidades indicadas son válidas para contenidos en nitritos hasta 50 mg/L): Añadir aprox. 50 mg de ácido amidosulfúrico a 10 mL de la muestra y disolver. El valor del pH de esta solución debe encontrarse en el intervalo 1 - 3. Si es necesario, ajustar con ácido sulfúrico.

4.3 Equipos e insumos

- Spectroquant Prove 600 uso 338 nm
- Balones volumétricos de 50, 100, 200 y 1000 mL
- Micropipeta de 1mL, volumen variable.
- Micropipeta de 10mL, volumen variable.
- Frasco lavador
- Agitador magnético con barra agitadora de PTFE (opcional).
- kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos – Supelco.
 - 1 frasco de reactivo NO₃⁻¹
 - 1 frasco de reactivo NO₃⁻²
 - 1 AutoSelector
- Solución estándar de nitratos 1000mg/L
- Tubo de ensayo tapa rosca de 16 mm
- Agua Desionizada

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

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 Nitratos. 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

Analizar las muestras inmediatamente después de la toma de muestras.

En caso de que las muestras con más de 1000 mg/L de Cl⁻ deben diluirse con agua desionizada.

Las muestras con más de 25,0 mg/L de NO₃-N (110,7 mg/L de NO₃⁻) deben diluirse con agua destilada.

Filtrar las muestras turbias.

4.4.3 Procedimientos de determinación

Aplicar el siguiente procedimiento para blancos, estándares, muestras y muestras adicionadas:


Reactivo NO ₃ ⁻¹	4,0 mL	Pipetear en un tubo de ensayo ¹⁾ seco.
Muestra preparada (5-25°C)	0,50 mL	Añadir con pipeta. ¡No mezclar!
Reactivo NO ₃ ⁻²	0,50 mL	Añadir con pipeta (¡gafas protectoras! ¡la mezcla se calienta!) y mezclar, agarrando el tubo sólo por la parte superior.

Dejar en reposo la solución de reacción caliente durante 10 minutos (tiempo de reacción). ¡No refrigerar con agua fría!

Introducir la muestra de medición en la cubeta rectangular y medir en el fotómetro.

Se recomienda utilizar cubetas vacías¹⁾ que pueden cerrarse con tapas roscadas. Así es posible mezclar sin peligro.

En caso de que requiera la medición en la **cubeta de 50 mm** deben duplicarse el volumen de la muestra y las cantidades de los reactivos NO₃⁻¹ y NO₃⁻². Configurar el fotómetro para medición de muestra en blanco. Configurar el fotómetro para la medición del blanco.

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

Notas sobre la medición:

- Para la medición fotométrica las cubetas deben estar limpias. Si es necesario, limpiarlas con un paño seco y limpio.
- Las turbideces después de acabada la reacción dan como resultado valores falsamente elevados.
- El color de la solución de medición permanece estable 30 minutos después de transcurrido el tiempo de reacción antes indicado. (Al cabo de 60 minutos el valor de medición habría aumentado en un 5 %.)
- Cerrar de nuevo inmediatamente los frascos tras la toma de los reactivos.

4.5 CÁLCULO

$$\text{Nitratos como } \frac{\text{mg NO}_3^-}{\text{L}} = [\text{Lectura SpectroQuant}] * fd$$

Donde:

[Lectura SpectroQuant] = Lectura de concentración de nitratos arrojada por el equipo.
fd = factor de dilución

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

	Procedimiento de análisis fisicoquímico, determinación de nitratos, método por kit 1.0973.0002 Spectroquant Test Nitratos - Supelco AOXLAB S.A.S	Identificación: FOR-GC-008254
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-10-10

- 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.
- 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-219 Formato para el registro de datos primarios de Nitratos en aguas por kit
SOFT-TC-161 Cuadro de mando para el ensayo de Nitratos por kit en aguas

7. ANEXOS.

No aplica