1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de nitritos por el Método colorimétrico (Espectrofotometría). SM 4500B.

2. ALCANCE

Este método es aplicable a aguas residuales, efluentes y aguas contaminadas.

Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial, en un rango de concentraciones entre 0.006 y 0.20 mg N-NO_2/L.

Los siguientes son los resultados obtenidos en la verificación del método:

NOMBRE DEL METODO: DETERMINACIÓN DE NITRITO EN AGUAS POR MÉTODO COLORIMÉTRICO			
CÓDIGO IE:			
FECHA DEL INFORME DE VERIFICACIÓN: 09/11/2017			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	0,006	mg N-NO_2 /L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	1,64	%	Std bajo 0.010 mg N-NO_2 /L
	1,07	%	Std alto 0.10 mg N-NO_2 /L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	0,37	%	Std bajo 0.010 mg N-NO_2 /L
	1,28	%	Std alto 0.10 mg N-NO_2 /L
	7,48	%	Patrón Certificado. Lote No. 2400814C, producto No. QWSNUT- 3X20
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.006 - 0.2	mg N-NO2 /L	Sin dilución de la muestra.
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	0.006 - 20	mg N-NO2 /L	Para una dilución de cien veces.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	80,82	%	Adicionado bajo.
	92,21	%	Adicionado alto.

3. DEFINICIONES

- Espectrofotómetro = instrumento de análisis químico el cual proyecta un haz de luz monocromática a través de una muestra y mide la cantidad de luz que es absorbida por dicha muestra.

- Blanco de reactivos o Blanco de Método (MB): Agua ultra pura que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos solventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra.
- Blanco fortificado (LFB): es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco. (El LFB son los estándares de control de la técnica).
- Matriz fortificada: (LFM): Es una porción adicional de una muestra a la que se añade una cantidad conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar la recuperación del analito en una matriz de la muestra. (Muestra adicionada).
- mg N - NO_2 – /L = miligramos de nitrógeno en la forma de nitrito por litro
- SM: Estándar método.
- LDM: Limite de detección del Método.
- LSA = Límite superior de alarma.
- LSC = Límite superior de control.
- LIA = Límite inferior de alarma.
- LIC = Límite inferior de control.

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis químico, revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad que reposan en el mueble ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.

Utilizar los implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el instructivo. En esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro para vapores ácidos y guantes de nitrilo.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición final de residuos.

5. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

Antes de operar los equipos verifique que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo.

5.1 EQUIPOS

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.
- Plancha de calentamiento.
- pH metro.
- Plancha de agitación.
- Equipo de filtración al vacío.

- Espectrofotómetro: UV-VIS, para usar a 543 nm proporcionando un haz de luz de 1cm o más, consta de lo siguiente: Sistema óptico revertido de haz sencillo, Fuente de radiación, lámpara de tungsteno, monocromador, detectores fotodiodos.

5.2 MATERIALES

- Micro –espátula metálica.
- Filtros de membrana de acetato de celulosa de 0.45 micrómetros, de ser necesario utilice el pre-filtró de fibra de vidrio.
- Bureta de 20 mL.
- Termómetro de 120°C
- Balón aforado de vidrio clase A de 1L, con tapa esmerilada.
- Vasos de precipitados de 10, 50, 100, 200 mL.
- Balones aforados clase A de 100, y 250, 200 mL.
- Erlenmeyer de 125 mL.
- Pipetas aforadas clase A de 2,4, 5, 10, 20 y 25 mL.
- Pipetas graduadas de 5 y 10 mL.
- Probeta de 25 mL.
- Pipeta Pasteur.
- Pera de succión
- Agitador magnético.
- Barra agitadora.
- Celda de cuarzo de 1 cm de paso óptico.
- Papel para limpiar lentes.
- Lana de vidrio.

5.3 REACTIVOS

Solicite los reactivos y material diligenciando el formato correspondiente.

- Agua libre de nitritos. Agua UP, obtenida mediante un purificador.
- Reactivo de color: A 800 ml de agua destilada o ultra Pura, añadir 100 ml de ácido fosfórico al 85% y 10 g de sulfanilamida. Después de disolver completamente la sulfanilamida, añadir 1 g de diclorhidrato de N- (1-naftil) -etilendiamina. Mezclar para disolver, luego diluir a 1 L con agua. La solución es estable durante aproximadamente un mes (si se refrigera y se mantiene en frasco ámbar, **seis meses** experiencia laboratorio) cuando se almacena en una botella oscura en el refrigerador.
- Oxalato de sodio, 0.025M (0.05N): Disolver 3.350 g de $Na_2C_2O_4$, grado básico primario, en agua y diluir hasta 1000 mL.
- Ácido Sulfúrico H_2SO_4 1+1: Tome 50 mL de agua destilada o ultra pura (Up) y agregue lentamente dentro de una cabina de vapores inorgánicos 50 mL de H_2SO_4 concentrado, agite con agitador de vidrio y deje enfriar.
- Permanganato de potasio estándar Titulante 0,05 N: Disolver 1,6 g de $KMnO_4$ en 1 L de agua destilada o Up. Conservar en una botella de vidrio marrón la solución es estable durante 1 semana. Dejar Decantar por 24h o pipetear el sobrenadante sin remover ningún sedimento. Filtrar a través de lana de vidrio, nunca a través de papel filtro. Normalizar esta solución con frecuencia mediante el siguiente procedimiento:

Pesar a 0,02 g de $Na_2C_2O_4$ anhidro en vasos de precipitados de 400 ml. A cada vaso, a su vez, se añaden 100 ml de agua destilada o ultra pura y se agita para disolver. Añadir 10 ml 1+1 de H_2SO_4 y calentar rápidamente

hasta 90 a 95 ° C. Titular rápidamente con Solución de permanganato a normalizar, con agitación, a una solución ligero color rosado que persiste durante al menos 1 min. No deje que la temperatura descienda por debajo de 85 °C. Si es necesario, caliente el contenido de la cubeta durante la titulación; 100 mg consumirán aproximadamente entre 6 mL de solución.

$$Normalidad\ de\ KMNO4 = g\frac{\mathrm{Na2C2O4}}{(A-B)\ X\ 0{,}067}$$

Donde:

A = mL titulante de la muestra
B = mL titulante para blanco.

Promediar los resultados de tres titulaciones.

- Solución stock de nitrito, 250 mg N - NO_2^- /L a partir del sólido: El $NaNO_2$ debe ser grado reactivo con al menos el 99% de pureza. Como el NO_2^- se oxida fácilmente en presencia de humedad, usar un frasco de reactivo reciente para preparar la solución patrón y guardar los frascos herméticamente tapados cuando no estén en uso. Disolver 0.6160 g de nitrito de sodio y diluir a 500 mL en balón aforado con agua ultra Pura, 1 ml = 250 mg/L. Almacene esta solución en la nevera de reactivos y preserve con 1 ml de cloroformo. Este patrón tiene una vida útil de 6 meses.

La solución madre se debe mantener herméticamente cerradas libre de aire cuando no esté en uso. Para determinar el contenido de $NaNO_2$, añada un exceso conocido de la solución estándar de 0,05 N de $KMnO_4$, descargue el color del permanganato con una cantidad conocida de reductor estándar tal como $Na_2C_2O_4$ 0,025 M, y titulación posterior con solución de permanganato estándar.

Estandarización de la solución madre de nitrito - Pipetear, en orden, 50 ml de $KMnO_4$ estándar 0,05 N, 5 ml de H_2SO_4 conc. y 50 mL de solución madre NO_2 en un matraz o botella con tapón de vidrio. Sumergir la punta de la pipeta muy por debajo de la superficie de la solución de ácido de permanganato mientras se agrega solución de NO_2 de stock. Agitar suavemente y calentar a 70 a 80 ° C en una placa caliente. Descargue el color de permanganato mediante la adición de porciones suficientes de 10 ml de $Na_2C_2O_4$ estándar 0,025 M. Titular el exceso de $Na_2C_2O_4$ con 0,05 N $KMnO_4$ hasta el punto final rosado débil. Lleve un blanco de agua a través de todo el procedimiento y haga las correcciones necesarias en el cálculo final como se muestra en la ecuación siguiente.

Calcular el contenido de NO_2-N de la solución madre mediante la siguiente ecuación:

$$\mathrm{mg\ NO2-N} = \big((B\ X\ C) - (D\ X\ E\ )\big)X7/F \text{ X } 1000 = \text{mg } NO_2^-\text{-N/L}$$

B= Total ml estándar $KMnO_4$ utilizado,
C= Normalidad de $KMnO_4$ estándar.
D= Total de ml de reductor estándar añadido, (oxalato de sodio).
E= Normalidad del reductor estándar, y
F= mL solución madre de $NaNO_2$ tomada para titulación.

Cada 1.00 ml de $KMNO_4$ 0,05 N consumido por la solución de $NaNO_2$ Corresponde a 1725 µg de $NaNO_2$ o 350 µg de NO_2^-- N.

5.3.1 Preparación de estándar Intermedio:

La solución intermedia de 5 mg N - NO_2–/L es estable hasta por 20 días almacenada a 4 °C, en frasco ámbar.

Estándares intermedios. 5 mg y 0,10 mg N - NO_2^-/L.	
Estándares 5 mg N - NO_2–/L	**Estándares 0,10 mg N - NO_2–/L**
Tomar 5 mL del estándar de **250 mg N - NO_2–/L** y llevar a volumen final de **250 mL.**	**Tomar 4 mL** del estándar de **5 mg N - NO_2–/L** y llevar a volumen final de **200 mL.**

5.3.2 Preparación estándares curva de calibración.

CURVA DE CALIBRACIÓN N-NO_2			
Concentración Final (Cf).	**Volumen a tomar (Vi) mL.**	**Concentración de la que se toma el volumen (Ci). Estándar intermedio**	**Volumen final (Vf) mL.**
Blanco Reactivo	0,0	Blanco Reactivo	25
0.010 mg N-NO_2^-/L	20	0,10 mg N-NO_2^-/L	200
0.050 mg N-NO_2^-/L	2	5 mg N-NO_2^-/L	200
0.10 mg N- NO_2^-/L	4	5 mg N- NO_2^-/L	200
0.15 mg N- NO_2-/L	6	5 mg N- NO_2^-/L	200
0.20 mg N- NO_2-/L	4	5 mg N-NO_2^-/L	100

5.3.3 Preparación estándares de control: Los estándares de control que se preparan a diario con cada determinación son los de 0,01 y 0,10 mg N – NO_2/L, se preparan como se indica en la anterior tabla.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

La incompatibilidad química hace improbable que el NO_2^-, el cloro libre y el tricloruro de nitrógeno (NCl_3) coexistirán. NCl_3 imparte un color rojo falso cuando se añade reactivo de color. Los iones siguientes interfieren debido a la precipitación en condiciones de prueba y deben estar ausentes: Sb^{+3}, Au^{+3}, Bi^{+3}, Fe^{+3}, Pb^{+2}, Hg^{+2}, Ag^+, cloro platinato ($PtCl_6^{-2}$) y meta vanadato (VO_3^{-2}). El ion cúprico puede causar bajos resultados catalizando la descomposición de la sal de diazonio. Los iones de color que alteran el sistema de color también deben estar ausentes. Eliminar los sólidos en suspensión por filtración.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente Tabla.

Tabla. Control de calidad método 4020I.SM

Blanco del Método (MB)	Blanco fortificado en laboratorio (LFB)	(LFMD) Duplicado matriz fortificada en laboratorio	Otros
X	X	X	(3.) Consulte 4020B para obtener más requisitos de control de calidad

Tomado del SM Tabla 4020: 3. Consulte 4020B para más requisitos de control de calidad.

- Utilizar material de vidrio al cual se le ha realizo el control de calidad.
- Efectúe el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.
- Realice la curva de calibración, entréguela al líder de análisis para su aprobación. Verifique que la pendiente de la curva de calibración se encuentre en un valor aproximado de 0.3.
- Tome en cuenta los siguientes aspectos a la hora de reportar los análisis:
- Incluir al menos un blanco diario, con cada lote de 20 o menos muestras. Si el blanco de reactivo es mayor al (LDM), los resultados son sospechosos, verifique el material de vidrio, la fuente de agua y la celda de cuarzo la cual debe estar transparente, sin manchas; si el problema persiste se deben seguir las directrices del Líder Fisicoquímico para el resultado de la muestra con respecto al blanco.
- Incluir al menos un blanco fortificado (Estándares de control) por cada lote de 20 o menos muestras. Idealmente, variar las concentraciones del blanco fortificado para cubrir el rango desde el punto medio a la parte inferior de la curva de calibración. Utilice una concentración adicional de por lo menos 10 veces el nivel de detección del método (LDM), menor o igual al punto medio de la curva de calibración. Calcular el porcentaje de recuperación, y determinar los límites de control. Para l Grupo de laboratorio de calidad ambiental GLCA-IDEAM se ha estipulado los estándares de control de 0,01 y 0,10 mg N – NO_2^-/L.

Los gráficos de control pueden ser útiles en la identificación de problemas potenciales. Asegúrese de que el blanco fortificado, (estándares de control) cumple con los criterios de desempeño del método.

- Matriz fortificada (Muestra con adicionado) por cada lote de 20 o menos muestras. Añadir una concentración que sea al menos 10 veces inferior o igual al punto medio de la curva de calibración, Preferiblemente utilizar la misma concentración utilizada en el blanco fortificado (LFB), para permitir que los analistas separen el efecto de la matriz con el rendimiento del laboratorio.

  Para preparar una matriz fortificada (LFM), añada una concentración conocida de analito (idealmente de una segunda fuente) a una muestra de rutina seleccionada al azar, sin aumentar su volumen en más del 5%; Lo ideal sería que la nueva concentración este en o por debajo del punto medio de la curva de calibración, si es necesario, diluya la muestra para que la medición este dentro de la curva de calibración.

Calcular el porcentaje de recuperación y diferencia porcentual relativa, determine los límites de control en diferentes concentraciones. Asegúrese que los criterios de desempeño del método se satisfacen.

Si los resultados de la matriz fortificada (LFM) están fuera de control, tome las medidas correctivas para rectificar el efecto de la matriz.

- Incluir como mínimo un duplicado de matriz fortificada (LFMD); si un analito rara vez se detecta en un tipo de matriz, utilice un duplicado de la matriz fortificada (LFM), Si el duplicado de la matriz fortificada está fuera de control, vuelva a preparar y vuelva a analizar la muestra. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%.

- Verifique los estándares de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse los estándares de calibración, los reactivos y material de vidrio. El análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema. Por cada lote de 20 muestras o menos es necesario leer un duplicado, dos estándares, uno bajo y uno alto, una muestra fortificada con su correspondiente duplicado; si es un lote de más de 20 muestras se debe leer por cada 20 muestras un patrón (variando entre el alto y el bajo) y un duplicado. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.
- Los testigos sirven para evaluar las condiciones de transporte y monitoreo en las que tomaron las muestras y el almacenamiento de las mismas. El porcentaje de recuperación de los testigos debe estar entre 70 y 130 %.
- Las réplicas se utilizan para ver diferencias en el muestreo, se aceptan replicas con una diferencia no mayor al 10%. La máxima absorbancia permitida es la obtenida para el patrón de 0.2 mg N - NO_2^--/L.
- Los duplicados evalúan la replicabilidad del método, por cada lote de muestras se debe pasar un duplicado.

8. DESARROLLO

8.1 Principio del método.

El nitrito (NO_2^-) se determina a través de la formación de un colorante azo rojizo producido a un pH de 2,0 a 2,5 por acoplamiento de sulfanilamida diazotada con dihidrocloruro de N (1-naftil)-etilendiamina (diclorhidrato de NED). El aplicable del método para las mediciones espectrofotométricas es de 10 a 1.000 µg de NO_2^--N / L. (0,010 a 1mg/L). Las mediciones fotométricas se pueden realizar en el rango de 5 a 50 µg N / L. (0.005 a 0,050 mg/L), si se utiliza un trayecto de luz de 5 cm y un filtro de color verde. El sistema de color obedece la ley de Beer hasta 180 µg N / L (0,180 mg/L) con un trayecto de luz de 1 cm a 543 nm. Concentraciones más altas de NO_2^- se puede determinar diluyendo una muestra.

El nitrógeno de nitritos raras veces aparece en concentraciones mayores de 1 mg/L, aun en fuentes de plantas de tratamiento de aguas residuales. En aguas superficiales y subterráneas su concentración por lo general es menor de 0.1 mg/L. Su presencia indica, por lo regular, procesos activos biológicos en el agua, ya que es fácil y rápidamente convertido en nitrato.

Los nitritos en concentraciones elevadas reaccionan dentro del organismo con aminas y amidas secundarias y terciarias formando nitrosominas de alto poder cancerígeno.

8.2 Toma y preservación de muestras.

Nunca utilice preservación ácida para las muestras que se analizarán para NO_2^-.
Colecte la muestra en envase de vidrio ámbar o plástico y no le adicione ningún preservante. El tamaño mínimo de muestra para determinar NO_2^- es de 100 mL. Se puede tomar de la muestra recibida para Fósforo Soluble siempre y cuando el volumen sea suficiente para los dos analitos.
La determinación debe hacerse lo más pronto posible una vez recogida la muestra para prevenir la posible conversión bacteriana de NO_2^- a NO_3^- o NH_3. Para conservación a corto plazo durante 1 a 2 días, guardar congelar a -20 °C o almacenar a 4 ° C.

Filtrar únicamente en el momento de realizar el análisis.

8.3 Limpieza de vidriería y material de campo.

Remítase al instructivo relacionado de Lavado material de vidrio. Utilice la vidriería a la que se le haya efectuado control de calidad y reserve esta vidriería únicamente para las determinaciones de Nitritos.

8.4 Ejecución de la técnica.

- Antes de iniciar las lecturas, tenga en cuenta el instructivo de manejo del espectrofotómetro Uv -Vis.
- Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo.
- Solicite las muestras, deje aclimatar la muestra a 20°C±3°C y filtre solo en el momento del análisis, a través de membrana de acetato de celulosa de 0.45 micrómetros. Las muestras con sólidos suspendidos abundantes, fíltrelas primero con un pre filtro de fibra de vidrio.
- Desarrollo de color: si el pH de la muestra no está entre 5 y 9, ajuste el rango con 1N HCl o NH_4OH según sea necesario añada el reactivo de color, una vez ajustado el pH.
- Curva de Calibración. Prepare una curva de calibración cada vez que cambie de solución de coloración (lote de reactivo), o de solución patrón de nitrito.
- Encienda el Espectrofotómetro UV-VIS con la lámpara de tungsteno, 45 minutos antes de iniciar las lecturas, tenga en cuenta el instructivo de manejo del espectrofotómetro, cuyo diagrama de flujo está ubicado en la pared al lado del equipo, para especificar los rangos de medición. La lectura de nitrito debe hacerse a 543 nm. Cargue la última curva de calibración.
- Verifique que la celda de cuarzo de 1cm esté perfectamente limpia, si la observa manchada de color rosado déjela en jabón aproximadamente 15 minutos, hágale un lavado con H_2SO_4 al 5% y enjuáguela perfectamente con agua desionizada.
- Cuando vaya a iniciar la lectura de la curva de calibración, transfiera una alícuota de 25,0 mL del blanco (agua ultra pura) y los estándares a un Erlenmeyer de 125 mL y adicione 1 mL del reactivo de coloración, deje desarrollar color y comience la lectura después de 20 minutos, pero antes de 2 horas después de su adicción, lea el blanco como blanco y como muestra y los estándares, como estándares y como muestras, siguiendo las instrucciones del equipo.
- Almacene los datos en la carpeta del año correspondiente, en la sub. carpeta Nitritos. Grabe la curva, los estándares y las muestras de dicha curva de calibración, archivándola por la fecha en que se realizó, dos dígitos para día, mes y año (dd/mm/aa), en las carpetas Curvas, Estándares y Muestras respectivamente. Imprima el reporte en papel y entréguelo al Líder de análisis para su aprobación.
- Para iniciar las lecturas fotométricas, coloque el blanco de reactivos en la celda, léalo como blanco, verifique la observación de una línea recta horizontal en el rango de la longitud de onda de los 543 nm, inmediatamente léalo como muestra y codifíquelo como BLANCO, la absorbancia debe registrar cifras exponenciales de 10-4y 10-5, continúe con los estándares de control en orden creciente desde el de más baja concentración, léalos como muestras.
- Registre los resultados de los estándares con 2 cifras significativas en la carta de control, verifique que los valores se encuentren dentro del rango de 2 (S) desviaciones estándar por encima ó por debajo, respecto del valor teórico esperado.

8.5 Cálculos y resultados

Prepare una curva estándar trazando la absorbancia de los patrones frente a la concentración de NO_2^- N. Calcule la concentración de la muestra directamente en la curva.

El espectrofotómetro arroja resultados en mg N - NO_2^-/L de acuerdo al factor de dilución digitado en el momento de la lectura, aplicando la siguiente fórmula:

mg N - NO_2^-/L = Pendiente x Absorbancia x FD

Pendiente = Obtenida a partir de la curva de calibración.
Absorbancia = Lectura realizada por el espectrofotómetro.
mg NO_2^-/L= Concentración de nitritos calculada y registrada por el espectrofotómetro UV-VIS
FD = Factor de dilución

Escribir el resultado con dos cifras significativas, redondeando de acuerdo a los criterios establecidos en el procedimiento de lineamientos de control de calidad analítica.

Recuperación Matriz fortificada (LFM):

$$\frac{(Cs - C)}{S} X\ 100 = \%\ Recuperación\ LFM\ O\ LFMD$$

Cs = concentración de LFM o LFMD determinada experimentalmente,
C= Concentración de la muestra antes del aumento, y
S = Concentración adicionada.

Nota: el volumen adicionado NO debe aumentar el volumen de la muestra en más del 5%.

La recuperación debe estar entre 75 y 125%.

Reporte los resultados con 2 cifras significativas.

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

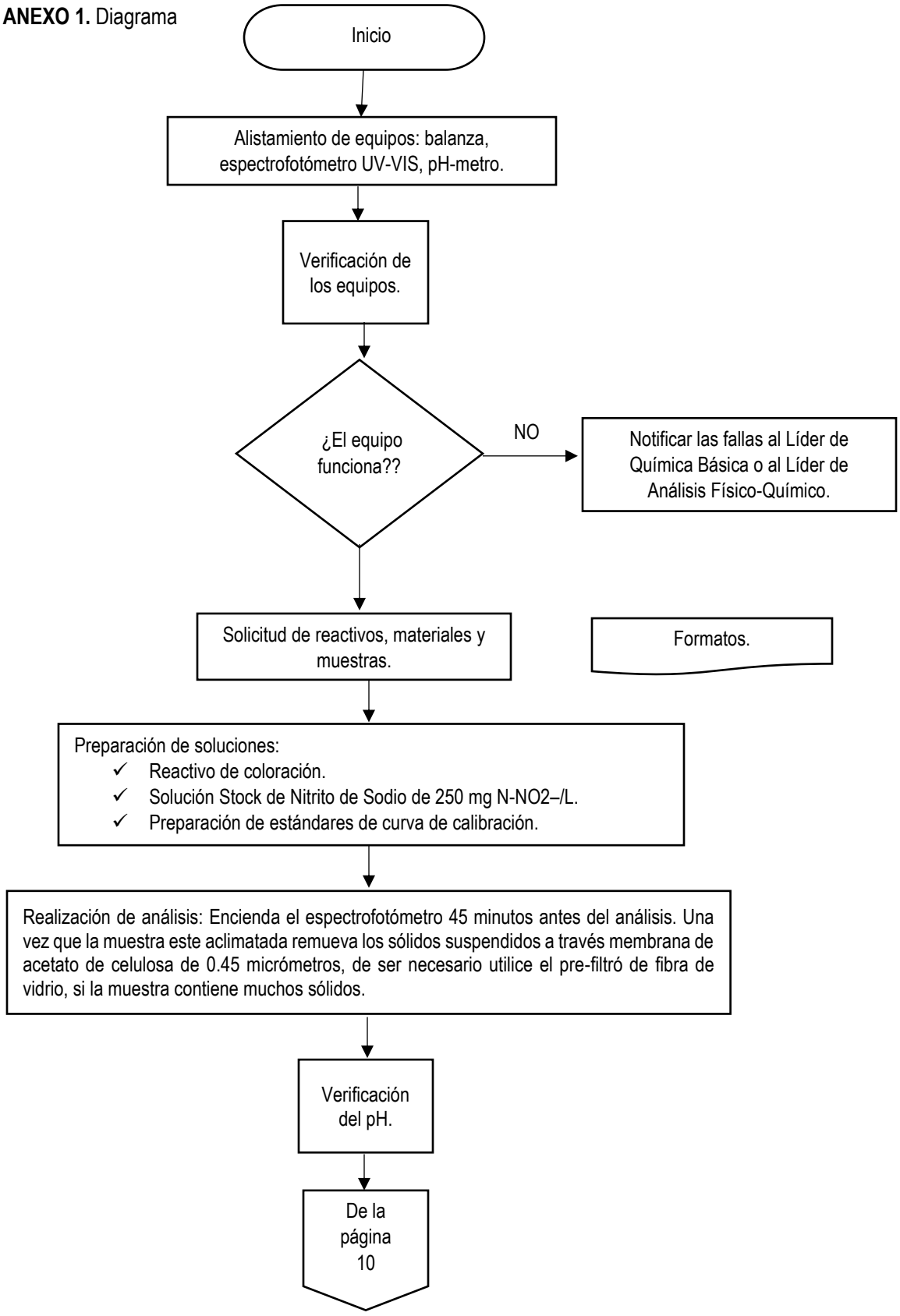
Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 4500 NO_2. B 22ed. New York, 2012.

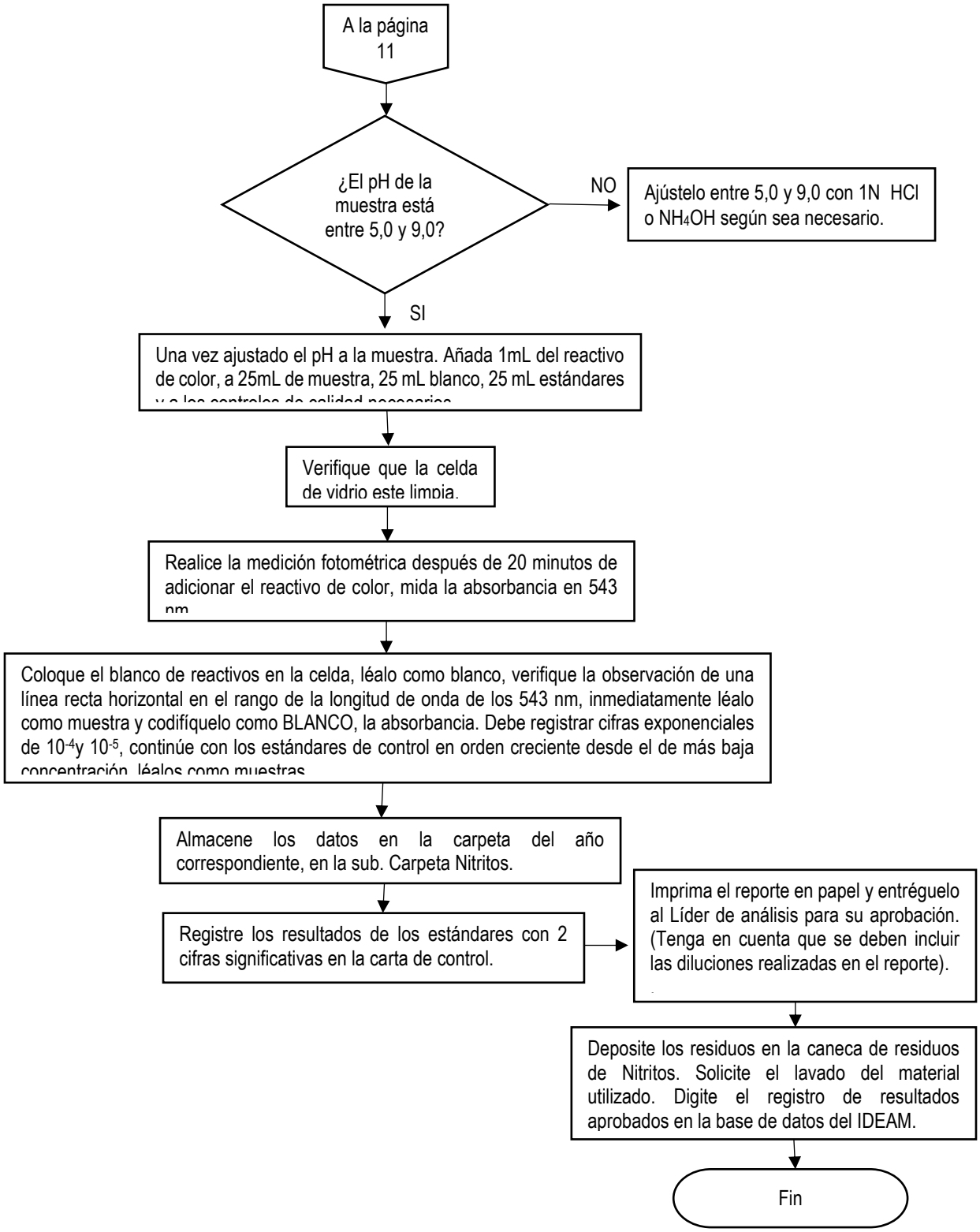
11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI.

ELABORO:	REVISO:	APROBO:
Luz Adriana Ruiz Araujo Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Carlos Martín Velásquez Ramírez** Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Nelson Omar Vargas Martínez** Subdirector de Hidrología

ANEXO 1. Diagrama




A la página 11
¿El pH de la muestra está entre 5,0 y 9,0?
NO
Ajústelo entre 5,0 y 9,0 con 1N HCl o NH_4OH según sea necesario.
SI
Una vez ajustado el pH a la muestra. Añada 1mL del reactivo de color, a 25mL de muestra, 25 mL blanco, 25 mL estándares
Verifique que la celda de vidrio este limpia.
Realice la medición fotométrica después de 20 minutos de adicionar el reactivo de color, mida la absorbancia en 543 nm
Coloque el blanco de reactivos en la celda, léalo como blanco, verifique la observación de una línea recta horizontal en el rango de la longitud de onda de los 543 nm, inmediatamente léalo como muestra y codifíquelo como BLANCO, la absorbancia. Debe registrar cifras exponenciales de 10^{-4}y 10^{-5}, continúe con los estándares de control en orden creciente desde el de más baja concentración, léalos como muestras
Almacene los datos en la carpeta del año correspondiente, en la sub. Carpeta Nitritos.
Registre los resultados de los estándares con 2 cifras significativas en la carta de control.
Imprima el reporte en papel y entréguelo al Líder de análisis para su aprobación. (Tenga en cuenta que se deben incluir las diluciones realizadas en el reporte).
Deposite los residuos en la caneca de residuos de Nitritos. Solicite el lavado del material utilizado. Digite el registro de resultados aprobados en la base de datos del IDEAM.
Fin