



TÍTULO: FÓSFORO TOTAL EN AGUA POR DIGESTION ACIDA,
MÉTODO DEL ACIDO ASCORBICO

CÓDIGO: TP0340

VERSIÓN: 02

FECHA ÚLTIMA REVISIÓN:

COPIA N°: _____

ELABORADO POR:

DORIS SANABRIA SUAREZ
BIOLOGA

REVISADO Y ACTUALIZADO POR:

TANIA MILENA CARPIO GALVAN
QUÍMICA

APROBADO POR:

MARTA ELENA DUQUE SOLANO
Coordinadora PFQA

* Este documento debe ser revisado por lo menos cada **dos** años.



TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN.....	3
2. DEFINICIONES	4
3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL.....	4
4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS.....	5
5. RESULTADOS DE LA ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO	5
6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA	5
7. APARATOS, REACTIVOS Y MATERIALES	6
7.1 Aparatos	6
7.2 Reactivos.....	6
7.3 Materiales.....	7
8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERÍA	8
9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES	8
9.1 Estándares de curva de calibración.....	8
9.2 Estándares de control	9
10. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA.....	9
10.1 Digestión de muestras	9
11. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS.....	10
11.1 Curva de Calibración.....	10
11.2 Procesamiento de la muestra	11
12. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULO DE RESULTADOS.....	12
13. CONTROL DE CALIDAD (CC) Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD.....	13
14. REFERENCIAS.....	14



FÓSFORO TOTAL EN AGUA POR DIGESTION ACIDA, MÉTODO DEL ACIDO ASCORBICO

1. INTRODUCCIÓN

El fósforo es un elemento esencial en el crecimiento de plantas y animales. Actualmente se considera como uno de los nutrientes que controlan el crecimiento de algas, el fósforo se encuentra en aguas naturales y residuales casi exclusivamente como fosfatos, los cuales se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro-, meta-, y otros poli fosfatos) y fosfatos orgánicos.

El empleo de detergentes, los cuales contienen grandes cantidades de fósforo, ha aumentado el contenido de fosfato en las aguas residuales domesticas y ha contribuido al problema de incremento del mismo en las fuentes receptoras, se usan poli fosfatos como medio de control de corrosión. Las formas de importancia del fósforo en aguas son las siguientes:

- Ortofosfatos (fósforo soluble)
- Polifosfatos: pirofosfatos, tripolifosfatos y metafosfatos
- Fosfatos orgánicos

El contenido de fósforo ácido hidrolizable de una muestra es definido operacionalmente como la diferencia entre el fósforo reactivo medido en una muestra no tratada y el fosfato que se encuentra después de una digestión suave. Generalmente, esta incluye fosfatos condensados tales como pyro-, tripoly-, y especies de muy alto peso molecular tales como hexametafosfato. En resumen algunas aguas naturales contienen compuestos orgánicos de fosfato que son hidrolizados a ortofosfato bajo las condiciones del ensayo. Los polifosfatos generalmente no responden al ensayo de fósforo reactivo pero pueden ser hidrolizados a ortofosfato por digestión con ácido.

El fósforo total (P): se determina en una muestra sin filtrar y en ella están presentes todas las formas de fósforo. Debido a que el fósforo puede estar presente en combinación con la materia orgánica, es necesario para determinar el fósforo total, preparar la muestra mediante un método de digestión capaz de oxidar la materia orgánica efectivamente, para liberar el fósforo como ortofosfato, para su posterior determinación por el Método del Ácido Ascórbico. La concentración de fósforo total se registra como mg P total /L.

El método de digestión utilizado es el del ácido sulfúrico - ácido nítrico, recomendado en el Standard Methods 20ed., para la mayoría de las muestras y además presenta recuperaciones adecuadas.



En el Laboratorio del IDEAM se analizan con éste método muestras de agua superficial y residual en un rango de lectura de concentraciones entre 0.05 y 1.0 mg P-PO₄/L, pero el rango de concentración de las muestras esta entre 0.05 y la máxima concentración que pueda ser diluida con precisión.

El análisis de fósforo envuelve dos pasos generales: (a) conversión de la forma de fósforo total a ortofosfato disuelto, y (b) determinación colorimétrica del ortofosfato disuelto. El molibdato de amonio y el tartrato de antimonio y potasio reaccionan en medio ácido con el ortofosfato para formar un heteropoliácido -ácido fosfomolibdico- que es reducido por ácido ascórbico a un complejo azul de molibdeno intensamente coloreado; sólo las formas de ortofosfato forman dicho color azul en esta prueba.

2. DEFINICIONES

mg P-PO ₄ /L =	miligramos de fósforo como ortofosfato por litro.
µg =	microgramos
µm =	micras
LDM =	Límite de Detección del Método
S =	Desviación estándar
LSA =	Límite superior de alarma
LSC =	Límite superior de control
LIA =	Límite inferior de alarma
LIC =	Límite inferior de control
UV - VIS =	Ultravioleta - Visible

3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Revise antes de iniciar la práctica el Manual de Higiene Seguridad y las Hojas de Seguridad números: 14, 23, 33, 44, 152, 157, 235, que reposan en los AZ, en el mueble de la entrada en el Area de recepción de muestras. Estas hojas de seguridad también puede encontrarlas, en el PSO en el puesto de trabajo.

Ejecute de manera obligatoria el desarrollo de todo el análisis con los siguientes implementos de seguridad: bata, guantes, respirador para ácidos, gafas protectoras.

Realice la adición de los ácidos y la digestión de las muestras en la cabina extractora de vapores inorgánicos.



4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

La presencia de turbidez y color en la muestra debe corregirse elaborando un blanco. Si la turbidez es muy alta y es necesario filtrar la muestra, ésta debe hacerse sólo después de la digestión.

Las muestras con bajas concentraciones de fósforo no se deben almacenar en botellas plásticas a menos que se congelen, debido a que los fosfatos se pueden adsorber en las paredes plásticas.

5. RESULTADOS DE LA ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

La validación indicó que el método es exacto y preciso bajo los lineamientos de calidad del laboratorio. Con un límite de detección del método en 0.050 mg/L y un rango de trabajo hasta 1.0 mg/L.. Además, el método permite una recuperación mayor del 95 % del analito en la matriz agua residual. El cuadro de parámetros de la estandarización resume los resultados.

Cuadro 1. Resumen de la estandarización.

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LÍMITE DE DETECCIÓN	0,05	mg Ptotal/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE COEFICIENTE VARIACIÓN	6,8	---	A un nivel de 0.05 mg Ptotal/L
	1,5	---	A un nivel de 1,0 mg Ptotal/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2,9	%	A un nivel de 0.05 mg Ptotal/L
	-1,6	%	A un nivel de 1,0 mg Ptotal/L
	2,9	%	Muestra Certificada
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.05 - 1,0	mg Ptotal/L	Sin dilución de la muestra.
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0.05 - 100	mg Ptotal/L	Para una dilución de hasta cien veces.
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	99.7	%	Muestra adicionada baja -M2Ab
	97.7	%	Muestra adicionada alta -M2Aa

Los ensayos realizados durante la estandarización se encuentran consignados en la carpeta TC0269.

6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Colecte las muestras en envases de plástico ó vidrio y presérvelas con ácido sulfúrico concentrado hasta un pH < 2. Las muestras así preservadas tienen un tiempo máximo de espera para el análisis de 28 días.



7. APARATOS, REACTIVOS Y MATERIALES

7.1 Aparatos

- Espectrofotómetro UV-VIS marca Hewlett Packard modelo 8453, detector de arreglo de diodos, ancho de banda de 0.1 nm, provisto de una celda de vidrio con paso de luz de 1.0 cm, y consta de lo siguiente:
 - Sistema óptico revertido de haz sencillo.
 - Fuente de radiación, la lampara de tungsteno.
 - Monocromador
 - Detectores fotodiodos y a su vez arreglo de diodos.
- Plancha de calentamiento Schott Ceran ó Thermolyne Cimarec2
- Balanza analítica electrónica con aproximación de 0.0001 g.
- Cabina extractora para vapores inorgánicos.

7.2 Reactivos

Solicite los reactivos diligenciando el formato FE0041.

- 7.2.1 Agua Ultra Pura, obtenida mediante un purificador Labconco WaterPro PS.
- 7.2.2 Ácido sulfúrico, H₂SO₄, concentrado.
- 7.2.3 Ácido nítrico, HNO₃, concentrado.
- 7.2.4 Fenolftaleína en solución alcohólica: Disuelva 1 g de fenolftaleína en 100 mL de alcohol etílico y adicione 100 mL de agua ultra pura.
- 7.2.5 Hidróxido de sodio, NaOH, 6 N. Disuelva 240 g de NaOH en un vaso de precipitado de un litro, lleve a temperatura ambiente y complete a un litro con agua ultrapura, en un balón clase B.
- 7.2.6 *Ácido sulfúrico*, H₂SO₄, 5N: *Ácido sulfúrico*, H₂SO₄, 5N: En un vaso de precipitado de 400 mL, agregue 200 mL de agua ultra pura y adiciónale lentamente 70 mL de H₂SO₄ concentrado, como se produce una reacción exotérmica, espere hasta que se enfríe la solución, en ese momento transfiera cuantitativamente la solución a un balón de 500 mL y complete con agua ultrapura. Mantenga en frasco de vidrio a temperatura ambiente.
- 7.2.7 Solución de tartrato de antimonio y potasio: Disuelva 0.6858 g de K(SbO)C₄H₄O₆·½H₂O en 200 mL de agua ultra pura, en un balón aforado de 250 mL lleve a volumen. Almacene a temperatura ambiente en frasco de vidrio, por un período de tiempo no mayor de 3 meses. No utilice este

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO PROGRAMA DE FÍSICOQUÍMICA AMBIENTAL		
	Código: TP0340	Fecha: 13/05/2004	Versión: 02
FÓSFORO TOTAL EN AGUA POR DIGESTIÓN ACIDA, METODO DEL ACIDO ASCORBICO			

reactivo después del tiempo recomendado, ya que forma un precipitado azul en la muestra que se va a analizar, minutos después de adicionar el reactivo combinado, registrando valores más bajos en los resultados. Refrigerar.

7.2.8 Solución de molibdato de amonio: Disuelva 20 g de Heptamolibdato de amonio tetrahidratado, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 500 mL de agua ultra pura. Almacene refrigerado en frasco de vidrio, por un período de tiempo no mayor de 6 meses. Este reactivo puede formar un precipitado blanco con el tiempo, que no interfiere en la calidad del análisis. Agite muy bien antes de utilizarlo.

7.2.9 Ácido ascórbico, 0,1 M: Disuelva 1,76 g de ácido ascórbico en 100 mL de agua ultra pura. Guarde en frasco de vidrio ámbar, esta solución es estable por cerca de una semana, refrigerada a 4°C.

7.2.10 Reactivo combinado: Deje que todos los reactivos alcancen la temperatura ambiente antes de agregarlos. Mezcle los siguientes reactivos en estricto orden y proporciones, agitando después de la adición de cada uno de los reactivos, para 100 mL de reactivo combinado:

- 50 mL de H_2SO_4 5N
- 5 mL de solución de tartrato de antimonio y potasio
- 15 mL de solución de molibdato de amonio
- 30 mL de solución de ácido ascórbico.

Si prepara este reactivo en un recipiente de vidrio transparente se puede observar una coloración amarilla que indica que quedó bien preparado. Si nota algo de turbidez, agite y deje en reposo por unos minutos hasta que ésta desaparezca. Este reactivo es estable por 4 horas.

7.2.11 Solución patrón de fosfato de 50 mg(P- PO_4)/L: Coloque 0.25 g de Fosfato diácido de potasio también denominado Fosfato monobásico de potasio KH_2PO_4 grado analítico, a secar a 105°C durante dos (2) horas. Disuelva en agua ultra pura 0,2195 g de KH_2PO_4 anhidro y diluya a 1000 mL en balón volumétrico. Almacene en la nevera a 4 °C en frasco de vidrio perfectamente rotulado. 1,00 mL = 50,0 μg $\text{PO}_4^{3-}\text{--P}$.

7.3 Materiales

- Balones aforados clase A de 250, 200, 100 y 50 mL.
- Balones clase B de 100 y 1000 mL
- Erlenmeyers de 200, 250 y 100 mL.



- Pipetas aforadas clase A, de 1, 2, 5, 10, 20, 25 y 50 mL.
- Pipetas volumétricas de 5 y 10 mL
- Probetas plásticas de 50 mL y 25 mL.
- Pipeta pasteur.
- Embudo de vidrio pequeño
- Soporte para filtración
- Celda de vidrio.
- Papel para limpiar lentes.
- Microespátula.

8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERÍA

La contaminación con fosfato es común debido a su absorción en las superficies de vidrio por esta razón se debe evitar el uso de detergentes comerciales que contienen fosfato.

Lave toda la vidriería con jabón neutro libre de fósforo, posteriormente déjelo en HCl diluido al 10% y enjuague muy bien con agua destilada. Remítase a Procedimiento TP0125 Lavado material de vidrio.

Reserve esta vidriería únicamente para las determinaciones de fósforo y utilice únicamente a la que se le haya efectuado control de calidad.

9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES

9.1 Estándares de curva de calibración

A partir de la solución patrón de fosfato de 50 mg/L, prepare los estándares de las siguientes concentraciones 1,00; 0,50; 0,10; y 0,05 mg P/L, digiéralos y elabore la curva de calibración con éstas concentraciones.

Prepare un estándar intermedio de 10 mg/L a partir de la solución patrón de 50 mg/L, tomando 20 mL y llevando a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua ultrapura.

Prepare un estándar intermedio de 5 mg/L a partir de la solución patrón de 50 mg/L, tomando 10 mL y llevando a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua ultrapura.



Prepare un estándar de 1,00 mg/L a partir de la solución intermedia de 10 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua ultrapura.

Prepare un estándar de 0,50mg/L a partir de la solución intermedia de 10 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 200 mL, con agua ultrapura.

Prepare un estándar de 0,10 mg/L a partir de la solución intermedia de 1,00 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua ultrapura.

Prepare un estándar de 0,05 mg/L a partir de la solución intermedia de 1,00 mg/L, tome 10 mL de ésta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 200 mL, con agua ultrapura.

9.2 Estándares de control

Cada vez que pase un lote de muestras incluya estándares de control de 0.10 y 1,0 mg/L, prepárelos teniendo en cuenta las especificaciones descritas en la preparación de estándares para la curva de calibración.

10. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

10.1 Digestión de muestras

Para la determinación de fósforo total, a los blancos, estándares y muestras se les debe realizar una hidrólisis ácida preliminar así:

- Transfiera al erlenmeyer de 200 ó 250 mL, 50 mL de la muestra bien mezclada, adiciónale en la cabina extractora de inorgánicos 1 mL de ácido sulfúrico concentrado y 5 mL de ácido nítrico concentrado.
- Coloque las muestras sobre las planchas Schott Ceran en la cabina extractora de vapores ácidos, gradúelas en un valor de calentamiento de 5, si utiliza la plancha Thermolyne Cimarec2 colóquela en 6 y vigile constantemente para que no se evaporen totalmente, inmediatamente salgan humos blancos es el momento de finalizar la digestión hasta un volumen final de 1,0 mL.
- En algunas muestras hasta este punto se puede formar un precipitado u observarse la presencia de sólidos finos, es decir la muestra no esta bien digerida, en ese caso diluya la muestra 2 ó 5 veces y realice nuevamente la digestión.



- Tenga en cuenta en el rotulado el valor de las diluciones, en todos los pasos.
- Cuando finalice la digestión, deje enfriar las muestras dentro de la cabina extractora de vapores inorgánicos y con un frasco lavador de orificio fino enjuague las paredes del erlenmeyer con agua ultrapura, hasta un volumen que no sobrepase los 30 mL; adicione 0.05 mL (1 gota) de solución indicadora de fenofaleína y neutralice hasta un color rosa profundo con NaOH 6N, posteriormente neutralice con ácido sulfúrico 5N, hasta desaparición del color.
- Transfiera el digerido a un balón aforado de 50 mL y lleve a volumen con agua ultrapura y agite varias veces para una perfecta homogenización.
- Pase cada muestra a un erlenmeyer rotulado, para su determinación de fósforo por el Método del ácido ascórbico.
- Cuando en una muestra observe una buena digestión, pero ésta presenta algo de color o turbidez realice corrección de turbidez, en el momento de la lectura en el espectrofotómetro.

11. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

11.1 Curva de Calibración

Prepare una curva de calibración a partir de los blancos y estándares digeridos, cada vez que cambie de solución de coloración (lote de reactivo), solución patrón de fosfatos o cuando se cambie de analista.

- Encienda el Espectrofotómetro UV-VIS con la lámpara de tungsteno (roja en el equipo), 45 minutos antes de iniciar las lecturas, tenga en cuenta el Manual TM0166, cuyo diagrama de flujo está ubicado en la pared al lado del equipo. la lectura de fósforo total debe hacerse a 880 nm. Cargue la curva del analista y correspondiente a la última preparación de reactivos.
- Verifique que la celda de vidrio de 1 cm este perfectamente limpia, si la observa manchada de color azul déjela en jabón libre de fósforo y enjuáguela perfectamente con agua desionizada, si continua la mancha lávela con ácido sulfúrico 5N y enjuague con agua desionizada.
- Prepare la curva de calibración con un blanco de agua desionizada y una serie de mínimo 4 estándares que cubra el intervalo de trabajo del método, (0.05 a 1.00 mg P/L). Para la preparación, ver numeral 9.
- Cuando vaya a iniciar la determinación de fósforo total, transfiera una alícuota de 25 mL de blanco y estándares, adicione 4 ml del reactivo combinado al blanco y estándares mezcle completamente, después de mínimo 10 minutos, pero antes de 30 minutos, lea las muestras.



- 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 880nm, inmediatamente léalo como estándar y como muestra y codifíquelo como BLANCO, la absorbancia debe registrar cifras exponenciales de 10^{-3} y 10^{-4} , continúe con los estándares en orden creciente desde los de más baja concentración, léalos como estándares y enseguida como muestras. La gráfica de absorbancia contra concentración de fósforo total da una línea recta que pasa por el origen.
- Almacene los datos en la carpeta del año correspondiente, en la subcarpeta Fósforo Total. 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 (ddmmaa), en las carpetas Curvas, Estándares y Muestras respectivamente. Imprima el reporte en papel y entréguelo al encargado de la auditoría de verificación.

11.2 Procesamiento de la muestra

Solicite las muestras a analizar diligenciando el formato AF0061.

- Pretratamiento de la muestra: Digerida las muestras tal como lo indica el numeral 10.1.
- *Corrección por turbidez o color.* El color natural del agua generalmente no interfiere a la longitud de onda empleada. Para aguas altamente coloreadas o turbias, prepare un blanco de la muestra filtrada que presenta esta característica, adicione a 25 mL de muestra, 4 mL de reactivo combinado modificado (mezclando exclusivamente 50 mL de H_2SO_4 5N y 15 mL de Molibdato de amonio). Lea este blanco como muestra, registrando el código de la muestra y la palabra BLANCO y a continuación lea la muestra a la que se le ha adicionado el reactivo combinado completo (*especificado en el numeral 7.2.6*). Reporte el valor de concentración de esta muestra mediante cálculo adicional sustrayendo los valores de concentración de muestra y su blanco correspondiente.
- *Procesamiento de la muestra:* Adicione a cada muestra digerida 4,0 mL del reactivo combinado y mezcle completamente. Lea en el Espectrofotómetro teniendo en cuenta las indicaciones del numeral 10.1.
- Cuando pase un grupo de muestras corra inicialmente un blanco de reactivos, léalo como blanco y como muestra, enseguida pase un estándar de fósforo total de baja y luego uno de alta concentración y léalos como muestra, continúe pasando las muestras leyendo un estándar y un duplicado por cada 10 muestras .

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL		
	Código: TP0340	Fecha: 13/05/2004	Versión: 02
FÓSFORO TOTAL EN AGUA POR DIGESTIÓN ACIDA, METODO DEL ACIDO ASCORBICO			

- El equipo solicita el código o la rotulación de cada muestra, el cual corresponde al asignado en el consecutivo de radicación al ingreso al laboratorio y la dilución, no olvide registrar el valor de la dilución, cuando ésta se ha realizado en la digestión.
- Tenga en cuenta que en la pantalla se puede observar la absorbancia registrada para cada muestra, verifique que la muestra que esta leyendo, no sobrepase el rango de absorbancia obtenida en la curva de calibración, para el estándar de más alta concentración (1,00 mg/L),
- En caso que se sobrepase el valor de absorbancia aceptado, realice diluciones de la muestra así: Absorbancias hasta 1,2000 diluir 5 veces; por encima de 1,2000 hasta 1,5000 diluir 10 veces; por encima de 1,5000 diluir 20 veces.
- No olvide que si además de realizarle a la muestra dilución en la digestión, fue necesario diluir en el momento de la lectura, debe multiplicar los dos factores de dilución, y colocar el resultado, cuando el equipo requiere el valor de la dilución en el momento de la lectura final.
- Enjuague con mayor esmero la celda después de pasar las muestras que se hallan por encima de la curva de trabajo.
- Almacene los resultados primarios en el disco duro del computador del espectrofotómetro, en el que queda registrado el nombre del analito, nombre del método, archivo de la curva, ecuación de calibración, LPC, fecha y hora del análisis, nombre del operador, firma, nombre de la muestra, factor de dilución, concentración (mg/L) y absorbancia. Imprima el reporte en papel y entréguelo al encargado de la auditoria. Reporte la concentración redondeando el resultado con 2 cifras significativas.
- Registre los resultados 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.

12. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULO DE RESULTADOS

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

$$\text{mg/L P} = \text{Pendiente} \times \text{Absorbancia}$$

Pendiente = Obtenida a partir de la curva de calibración.
 Absorbancia = Lectura realizada por el espectrofotómetro.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL		
	Código: TP0340	Fecha: 13/05/2004	Versión: 02
FÓSFORO TOTAL EN AGUA POR DIGESTIÓN ACIDA, METODO DEL ACIDO ASCORBICO			

mg/L P = Concentración de fosfatos calculada y registrada por el espectrofotómetro UV-VIS

Escribir el resultado con dos cifras significativas, redondeando de acuerdo a los criterios establecidos en el procedimiento de lineamientos de control de calidad analítica TP0100.

13. CONTROL DE CALIDAD (CC) Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Cuando realice la curva de calibración acéptela si tiene un coeficiente de correlación mínimo de 0,99

Los blancos se analizan para determinar si la calidad del agua y de los reactivos es óptima. Estos deben registrar absorbancias con cifras exponenciales de 10^{-3} y 10^{-4} . Analice también el blanco de reactivos después de cualquier muestra con una concentración mayor a la del estándar más alto o que pudiera producir un arrastre de muestra con la siguiente.

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, material de vidrio y los blancos. El análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema.

Los duplicados evalúan la limpieza del material de vidrio, la purga adecuada de la celda, la replicabilidad del método. Analice por duplicado el 10% o por lo menos 1 de las muestras. El porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.

Dos veces al año se analizan muestras ciegas, de muestras certificadas internacionalmente que permiten evaluar la reproducibilidad, precisión y exactitud interlaboratorios.

Lleve los registros de los estándares de control de 1.00 mg P/L y 5,00 mg P/L en una carta de control para la determinación de fósforo total – Digestión ácido sulfúrico-ácido nítrico por el método del ácido ascórbico-. Registre las iniciales del analista y la fecha de análisis en las casillas correspondientes y grafique el valor de cada estándar.

Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revise todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de los límites de control debe ser reexaminado y si es necesario, se debe repetir el análisis de todo el grupo de muestras. No realice más análisis hasta verificar que

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia		
	SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL		
	Código: TP0340	Fecha: 13/05/2004	Versión: 02
FÓSFORO TOTAL EN AGUA POR DIGESTIÓN ACIDA, METODO DEL ACIDO ASCORBICO			

sucede, comuníquese la anomalía al líder de análisis y revise, inicie nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis lo ordene.

14. REFERENCIAS

Carpio G. Tania Milena. Estandarización de fósforo total en agua por digestión ácida, método del ácido ascórbico. Código TC0269. IDEAM. Marzo de 2006

Bojacá B. Rocio del Pilar. Informe de Prevalidación de fósforo total. IDEAM. Bogotá. 2004.

Moreno Blanca Ruth. Informes de Prevalidación y Validación de fósforo soluble. IDEAM. Bogotá. 2000.

Seoanez Mariano et al. Ingeniería del medio Ambiente aplicada al medio natural continental. Ediciones Mundiprensa. 1996. Madrid, España. p. 291-292.

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 20 ed., 1998 New York.p.