

	INSTRUCTIVO PREPARACIÓN DE TESTIGOS Y ADICIONADOS	Código: SLC-I066
		Versión: 03
		Fecha: 03/07/2025
		Página: 1 de 9

1. OBJETIVO

Establecer las actividades para la preparación de los controles de campo: TESTIGOS Y ADICIONADOS.

2. ALCANCE

Inicia con la preparación de soluciones concentradas patrón y soluciones de trabajo de los analitos objeto de este control en campo como son: Demanda Química de Oxígeno, Nitrógeno Amoniacal, Nitrato, Nitrito, Sulfato y Fósforo reactivo disuelto.

3. DEFINICIONES

Solución Patrón: Es una solución que se prepara a partir de una sustancia de pureza conocida, previamente secada a unas condiciones de temperatura y tiempo determinadas. Se pesa en balanza analítica (de mínimo cuatro decimales). Se utilizan balones de vidrio clase A para su preparación.

Testigo: Es una solución de una concentración conocida de un analito de interés, que se envía a campo para que permanezca durante el tiempo de muestreo en las mismas condiciones de las muestras recolectadas en la fuente de agua.

Adicionado: Es una solución de una concentración conocida de un analito de interés, que se envía a campo para que, en el momento del llenado de las botellas con la muestra recolectada en la fuente de agua, sea adicionada cuantitativamente a la botella marcada como “Adicionado” para el analito de interés que corresponda.

Contra-muestra: Es una solución de un analito dado que tiene la misma concentración del testigo y del adicionado, y que permite verificar la concentración de preparación.

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad.

Utilizar los Elementos de Protección Personal (EPP) adecuados para la realización de la marcha analítica, (bata de laboratorio, zapatos antideslizantes, gafas protectoras y guantes de nitrilo).

Los residuos generados en la preparación de las soluciones de este instructivo, se vierten en canecas adecuadas que luego serán tratados para su disposición final, de acuerdo al Instructivo Disposición final de residuos, M-S-LC-I075.

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

5.1. Equipos:

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.

	INSTRUCTIVO PREPARACIÓN DE TESTIGOS Y ADICIONADOS	Código: SLC-I066
		Versión: 03
		Fecha: 03/07/2025
		Página: 2 de 9

5.1.1. Verificación de equipos

- Verifique la balanza antes de su uso con las pesas dispuestas para esto y registre los datos en las cartas de control correspondiente a la balanza.
- Verificar el volumen dispensado de la transferpipeta, según el volumen requerido.
- Registre los datos en el formato digital M-S-LC-F074, Formato verificación de transferpipetas y buretas automáticas.

NOTA: Ver numeral 8.7.3 del M-S-LC-I048 INSTRUCTIVO DE ASEGURAMIENTO METROLÓGICO

5.2. Reactivos:

- Agua ultra pura. Usar agua ultra pura para preparar todas las soluciones y diluciones.
- Biftalato de potasio. R.A. Triturado y secar a 110° C durante 2 horas.
- Cloruro de amonio anhidro (NH₄Cl). R.A. Anhidro y secar a 100° C durante 2 horas.
- Nitrato de potasio (KNO₃). R.A. Secar a 105° C por 24 horas.
- Sulfato de sodio (Na₂SO₄). R.A. Secar a 110° C por 2 horas.
- Nitrito de sodio (NaNO₂). R.A. de un frasco herméticamente cerrado.
- Fosfato diácido de potasio (KH₂PO₄). R.A. Anhidro.

5.3. Materiales:

- Micro espátula.
- Vasos de 50 mL para pesar cada reactivo.
- Balones aforados clase A de 100, 250 mL.
- Transferpipeta de 0 – 5 mL y 1 -10 mL o pipetas aforadas clase A de 1- 2 -2,5 - 4 - 5 y 10mL.
- Frasco lavador.
- Frascos de vidrio de 250 mL y de 150 mL herméticos, tipo schoott, para almacenar las soluciones patrón.
- Frascos de vidrio ámbar de 30 mL de tapa rosca para almacenar las soluciones de testigos y adicionados.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Para la preparación de las soluciones para los testigos y adicionados, no aplican interferencias.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Cada vez que se prepare un nuevo lote de TESTIGOS Y ADICIONADOS, se toma al azar un frasco de cada una de las soluciones y concentraciones preparadas y se entrega al analista responsable de cada método para que sea analizado como CONTRA-MUESTRA, la cual debe transvasarse cuantitativamente a un balón de 500 mL y aforar, para ser analizada.

El procedimiento de análisis para los TESTIGOS, una vez lleguen de campo, es el mismo que se sigue para las CONTRA-MUESTRAS.

	INSTRUCTIVO PREPARACIÓN DE TESTIGOS Y ADICIONADOS	Código: SLC-I066
		Versión: 03
		Fecha: 03/07/2025
		Página: 3 de 9

Los resultados de las CONTRA-MUESTRAS se comparan con los valores teóricos de preparación. El error debe ser menor del 10%. En caso que no se cumpla esta condición se procederá al análisis de otra contra-muestra por parte de otro analista, preferiblemente.

En el momento del envío verifique la vigencia y el tiempo de vida útil de las soluciones.

8. DESARROLLO

8.1. Lineamientos y generalidades:

Para cada área operativa se han seleccionado algunas estaciones para efectuar el control de calidad al muestreo mediante el uso de TESTIGOS y ADICIONADOS (Anexo 2). El envío de TESTIGOS y ADICIONADOS a nuevas estaciones, puede hacerse de acuerdo a solicitud de las áreas operativas o a decisión del Laboratorio para nuevos controles. En el Anexo 3, se muestran los controles adicionales que se enviaron en el 2019.

Los envíos de estos controles se hacen teniendo en cuenta la programación anual de las comisiones que cada Área Operativa tiene para la corriente y estación seleccionada.

Los analitos objeto de este control de campo son: Demanda Química de Oxígeno, Nitrógeno amoniacal, Nitrato, Nitrito, Sulfato y Fósforo reactivo disuelto.

Se prepara una solución patrón de cada analito para luego preparar dos soluciones de menor concentración de cada parámetro a analizar, las cuales serán las soluciones de los TESTIGOS Y ADICIONADOS que se enviarán a campo, teniendo en cuenta que la solución no sobrepase la concentración máxima de cada técnica sin dilución. Además, se debe tener en cuenta la demanda de las áreas operativas y el tiempo de vida útil de las soluciones.

Cada concentración de cada analito, tendrá una letra diferente, en mayúscula para identificarla y un número de lote, el cual nos indicará la fecha de preparación para tener en cuenta su vencimiento. (Ver numeral 8.4 y Tabla 3).

Una vez preparados, se envasan en frascos ámbar de 30 mL aproximadamente, con tapa rosca que garantice cierre hermético, los cuales ya están marcados o identificados con la letra y código de lote correspondiente, según la Tabla 3 y se almacenan refrigerados para luego ser enviados a campo. En el momento de enviar a las Áreas Operativas, se rotulan o etiquetan como TESTIGO o ADICIONADO.

Una vez envasadas estas soluciones, se toma una al azar de cada analito y concentración, las cuales se llamarán "CONTRA-MUESTRA" para ser analizadas por cada uno de los analistas que tienen a cargo estas técnicas.

Para el análisis en el laboratorio de las CONTRA-MUESTRAS, se debe diluir primero esta solución, en un balón aforado de 500 mL y seguir el método de cada técnica. Las concentraciones experimentales se comparan con las teóricas y no deben diferenciar en más del 10%.

Cuando se van a enviar a campo, se toman dos frascos de la misma concentración de cada uno de los analitos que sean requeridos y un frasco será etiquetado como TESTIGO y el otro como ADICIONADO, sin

	INSTRUCTIVO PREPARACIÓN DE TESTIGOS Y ADICIONADOS	Código: SLC-I066
		Versión: 03
		Fecha: 03/07/2025
		Página: 4 de 9

perder la identificación de letra y lote que tengan. Tener presente que de cada analito debe quedar un TESTIGO y un ADICIONADO.

El frasco marcado como ADICIONADO, será utilizado en campo y regresará vacío y el frasco marcado como TESTIGO, llegará al laboratorio nuevamente para su respectivo análisis. Su análisis será igual como se analizó la CONTRA-MUESTRA.

8.2. Limpieza de vidriería y material de campo.

Estos frascos se lavan según el tipo de analito que van a contener, como se observa en la Tabla 1. El procedimiento detallado para el lavado de este material, está en el Instructivo de lavado de material de vidrio y plástico, M-S-LC-I015.

Tabla 1. Lavado de frascos ámbar para Testigos y Adicionados

ANALITOS	LAVADO DE LOS FRASCOS
DQO, Nitrógeno Amoniacal y Nitratos	Detergente neutro y ácido sulfúrico al 10%
Sulfatos	Detergente neutro y sin ácido
Fósforo reactivo disuelto y Nitritos	Detergente libre de fósforo al 5% y ácido clorhídrico al 5%

8.3. Preparación de soluciones Patrón:

Solicite los reactivos en el formato Solicitud de reactivos, vidriería y materiales, M-S-LC-F039 y efectúe el acondicionamiento previo de los mismos según el caso como se indica en la Tabla 2.

Tabla 2. Preparación de soluciones Patrón para Testigos y Adicionados

TESTIGO / ADICIONADO	REACTIVO	CONDICIONES DEL REACTIVO	PESO (g)	VOLUMEN FINAL (mL)	CONCENTRACIÓN FINAL (mg/L)	VIDA ÚTIL (meses)	OBSERVACIONES
DQO	Biftalato de Potasio	R.A. Secar a 110°C por 2 horas	1,0625	250	5000	3	
NITRÓGENO AMONIAICAL	Cloruro de Amonio (NH ₄ Cl)	R.A. Anhidro o secar a 100 °C por 2 horas	0,2388	250	250	6	
NITRATOS	Nitrato de Potasio (KNO ₃)	R.A. Secar a 105°C por 24 horas	0,4511	250	250	8	Adicionar 0,5 mL de Cloroformo después de aforar
SULFATOS	Sulfato de Sodio (Na ₂ SO ₄)	R.A. Secar a 110°C por 2 horas	0,3698	250	1000	6	
NITRITOS	Nitrito de Sodio (NaNO ₂)	R.A. de un frasco herméticamente cerrado	0.1232	100	250	6	Adicionar 0.25 mL de Cloroformo después de aforar
			4 mL de 250 mg/L	100	10	8 días	
FÓSFORO REACTIVO DISUELTO	Fosfato diácido de Potasio (KH ₂ PO ₄)	R.A. Anhidro	0.1098	250	100	6	

	INSTRUCTIVO PREPARACIÓN DE TESTIGOS Y ADICIONADOS	Código: SLC-I066
		Versión: 03
		Fecha: 03/07/2025
		Página: 5 de 9

Una vez preparados estos patrones, registre los datos correspondientes en el formato Control de preparación de soluciones, M-S-LC-F064.

Para almacenar las soluciones patrón preparadas utilice botellas de vidrio con tapa rosca (se prefieren las botellas disponibles comercialmente para el almacenamiento de reactivos líquidos y soluciones, tipo schoott).

Al momento de envasar las soluciones, las botellas deben estar completamente secas, se deben purgar con el mismo líquido que van a contener y deben llevar la correspondiente etiqueta de identificación. Cierre cada botella ajustando firmemente la tapa y mantenga estos patrones en condiciones de refrigeración.

8.4. Preparación de soluciones de Testigos y Adicionados, para envío:

Deje aclimatar las soluciones patrón a temperatura ambiente, o en baño de agua a 20°C.

Homogenice la solución patrón, purgue un vaso de precipitados y sirva en dicho vaso la solución patrón.

Mida con una pipeta aforada clase A previamente purgada o con una transferpipeta, el volumen de alícuota y dispénselo en el frasco ámbar de 30 mL.

Las concentraciones de cada analito deben estar dentro del intervalo de trabajo de cada técnica sin necesidad de hacer dilución.

En el Tabla 3 se presentan los volúmenes de solución patrón que se debe tomar para la preparación de testigos y adicionados, identificados como soluciones P, Q, R, S, T, U, V. Estas soluciones, son una mezcla de pequeñas alícuotas de soluciones patrón de diferentes analitos, que se envasan en un frasco ámbar de 30 mL y completando con agua ultrapura, para un volumen aproximado de 25 mL.

Tabla 3. Preparación de soluciones para envío de Testigos y Adicionados

SOLUCIÓN	ANÁLISIS	REACTIVO	CONC. DEL PATRÓN (mg/L)	ALÍCUOTA (mL)	CONC. FINAL (mg/L)
P	DQO	Biftalato de Potasio	5000	5	50
	NITRÓGENO AMONICAL	Cloruro de Amonio	250	2	1,0
	NITRATOS	Nitrato de Potasio	250	2	1,0
Q	DQO	Biftalato de Potasio	5000	5	50
	NITRÓGENO AMONICAL	Cloruro de Amonio	250	10	5,0
	NITRATOS	Nitrato de Potasio	250	4	2,0
R	SULFATOS	Sulfato de Sodio	1000	2,5	5
S	SULFATOS	Sulfato de Sodio	1000	10	20
T	NITRITOS	Nitrito de Sodio	10	2,5	0,05
	FÓSFORO REACTIVO DISUELTO	Fosfato diácido de Potasio	100	1	0,20
U	NITRITOS	Nitrito de Sodio	10	7,5	0,15
	FÓSFORO REACTIVO DISUELTO	Fosfato diácido de Potasio	100	4	0,80

	INSTRUCTIVO PREPARACIÓN DE TESTIGOS Y ADICIONADOS	Código: SLC-I066
		Versión: 03
		Fecha: 03/07/2025
		Página: 6 de 9

Entonces, por ejemplo, si va a preparar la solución **P**, sirva 5 mL del patrón de biftalato de potasio, 1 mL de solución patrón de cloruro de amonio y 2 mL de solución patrón de nitrato de potasio, en el mismo frasco ámbar de 30 mL y complete con agua ultrapura hasta el hombro del frasco. Tape el frasco y etiquételo con la letra **P** y con el número de lote de preparación.

Cada frasco y su tapa están identificados, además de la letra en mayúscula, que es la letra de la solución preparada, debe tener un número de lote. El número de lote consta de cuatro dígitos que indica la fecha de preparación. A manera de ejemplo: si un testigo o adicionado de la solución **P** se prepara el día 12 de octubre, el código o número de lote que se escribe en la tapa y en el rótulo del frasco debe ser **P1210**, correspondiendo **P** a la solución, **12** al día en que se preparó y **10** al mes de octubre.

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 Environment Federation. 23rd Edition., Washington, DC. 2017
- Solicitud de reactivos, vidriería y materiales, M-S-LC-F039
- Control de preparación de soluciones, M-S-LC-F064
- Formato verificación de transferpipetas y buretas automáticas, M-S-LC-F074,
- Disposición final de residuos, M-S-LC-I075.
- Instructivo de lavado de material de vidrio y plástico, M-S-LC-I015.

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	20/01/2020	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Gladys Yadira Güiza Arias.
02	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.
03	03/07/2025	Se actualiza el Formato de acuerdo con el memorando enviado por la OAP memorando 20251100097283 lineamientos para la actualización documental en el marco de la implementación del aplicativo suite visión. El código pasa de M-S-LC-I066 a SLC-I066.

ELABORÓ: Gladys Yadira Güiza Arias Química. Profesional Universitario Laboratorio de Calidad Ambiental	REVISÓ: Carlos Martín Velásquez Martínez Contratista Líder Técnico Laboratorio de Calidad Ambiental	APROBÓ: Jhonatan Danilo Uasapud García Coordinador Laboratorio de Calidad Ambiental
--	--	---



**INSTRUCTIVO
PREPARACIÓN DE TESTIGOS Y ADICIONADOS**

Código: SLC-I066

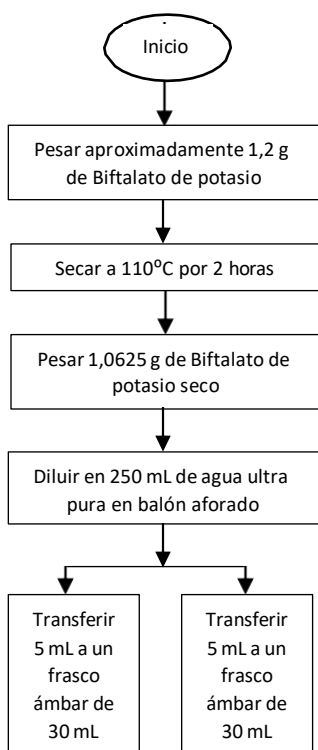
Versión: 03

Fecha: 03/07/2025

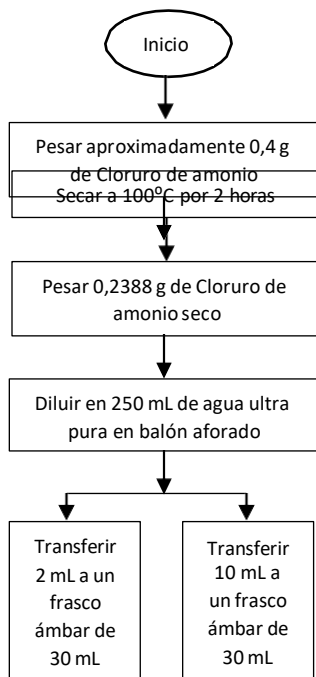
Página: 7 de 9

ANEXO 1

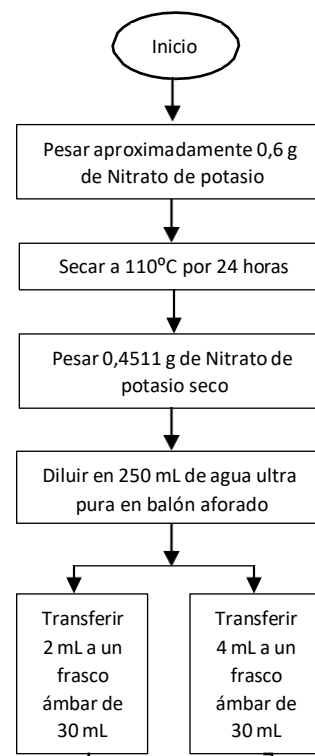
**Preparación de Testigo /
Adicionado para DQO**



**Preparación de Testigo /
Adicionado para Nitrógeno
Amoniacal**



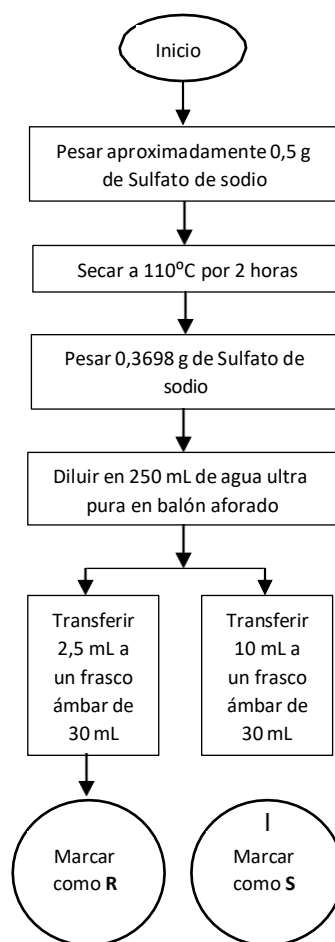
**Preparación de Testigo /
Adicionado para Nitratos**



Marcar como
P(mezcla de DQO,
N-NH y NO)

Marcar como
Q(mezcla de DQO, N-
NH y NO)

Preparación de Testigo / Adicionado para Sulfatos



**Preparación de Testigo /
Adicionado para Nitritos**

**Preparación de Testigo /
Adicionado para Fósforo reactivo disuelto**

