







# Manual de **métodos fisicoquímicos básicos**para el **análisis de aguas**para consumo humano

ISBN: 978-958-13-0150-8



#### República de Colombia Instituto Nacional de Salud Subdirección Red Nacional de Laboratorios

## Programa de Vigilancia por Laboratorio de la Calidad de Agua para Consumo Humano ISBN: 978-958-13-0150-8

**Grupo Salud Ambiental** "Jaime Eduardo Ortiz Varón"

#### República de Colombia Instituto Nacional de Salud Red Nacional de Laboratorios

Programa de Vigilancia por Laboratorio de la Calidad de Agua para Consumo Humano ISBN: 978-958-13-0150-8

Juan Gonzalo López Casas Director General

Edith Olivera Martínez Secretaria General

Gloria Rey Benito
Subdirectora Red Nacional de Laboratorios

Gerardo Nava Tovar coordinador Grupo Salud Ambiental "Jaime Eduardo Ortiz Varón"

#### República de Colombia Instituto Nacional de Salud Subdirección Red Nacional de Laboratorios

# Programa de Vigilancia por Laboratorio de la Calidad de Agua para Consumo Humano

Grupo Salud Ambiental "Jaime Eduardo Ortiz Varón"

Coordinación General y Documento Base por Químico. Gerardo Nava Tovar Instituto Nacional dDe Salud

Revisión y actualización de textos Química. Carmenza Murillo Sabogal Químico. Danilo Cruz Riaño porQuímico. Luis Carlos Martínez Avila Ing. Alejandro Peralta Puentes Instituto Nacional dDe Salud

> Apoyo Técnico Ing. Martha Cenidia Paredez Instituto Nacional dDe Salud

Diagramación: Instituto Nacional de Salud

Bogotá D.C., 2011

## CONTENIDO

INTRODUCCIÓN EL PAPEL DEL LABORATORIO EN EL CONTROL	15
SANITARIO DE AGUAS DE CONSUMO RESPONSABILIDAD DEL LABORATORIO EN EL	15
CONTROL SANITARIO DE AGUAS DE CONSUMO	16
1. CAPÍTULO BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO	18
1.1 RECURSOS EN EL LABORATORIO PARA ANÁLISIS DE AGUAS	18
1.2 INSTALACIONES 1.3 ORGANIZACIÓN Y PERSONAL	18
1.4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE	19
MEDICIÓN 1.5 MATERIALES E INSUMOS	20 21
1.6 REACTIVOS, PATRONES Y MATERIALES DE	
REFERENCIA 1.7 MÉTODOS DE ENSAYO	22 23
1.8 MANEJO DOCUMENTAL 1.9 OPERACIONES DE BPLS SOBRE LA	24
PREPARACIÓN DE SOLUCIONES	25
1.9.1 DISOLUCIÓN DE SALES - PREPARACIÓN DE PATRONES	26
1.9.2 PREPARACCIÓN DE PATRONES DE TRABAJO	27
1.9.3 USO DE PIPETAS AFORADAS Y	
MICROPIPETAS 1.9.4 AFORE DE BALONES Y PIPETAS	27 27
1.9.5 MANEJO Y USO DE CELDAS DE ESPECTROFOTÓMETROS, COLORÍMETROS Y	
TURBIDÍMETROS  1.10 CONTROL DE CALIDAD	28
1.10.1 INTERPRETACIÓN Y CRITERIOS DE	28
EVALUACIÓN	29
2. CAPÍTULO VALIDACIÓN DE MÉTODOS 2.1 ETAPAS DE LA VALIDACIÓN	31 32
3. CAPÍTULO MEDIDA DE LA INCERTIDUMBRE	34
3.1 QUÉ ES LA MEDIDA DE LA INCERTIDUMBRE	34
3.2 PROCEDIMIENTOS PARA ESTIMAR MEDIDAS DE LA INCERTIDUMBRE	35

4. CAPÍTULO MÉTODOS DE ENSAYO	37
4.1 POTENCIAL DE HIDROGENO (PH)	37
4.1.1 MÉTODO: Electrométrico (Standard Methods)	
4500 H+ B	37
4.1.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	37
4.1.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	38
4.1.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	38
4.1.5 VALORES DE REFERENCIA	38
4.1.6 MATERIALES Y EQUIPOS	38
4.1.6.1 MATERIALES	38
4.1.6.2 EQUIPOS	39
4.1.7 REACTIVOS	39
4.1.8 METODOLOGÍA	39
4.1.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	
LA MUESTRA	39
4.1.8.2 PROCEDIMIENTO	40
4.1.9 CONTROL DE CALIDAD	40
4.1.9.1 SOLUCIONES ESTÁNDARES	40
4.1.10 RESULTADOS	40
4.1.10.1 CALCULOS	40
4.1.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	41
4.1.12 ANEXOS	41
4.1.12.1 RECOMENDACIONES	41
4.1.12.2 CALIBRACION DEL ELECTRODO	41
4.1.12.3 LIMPIEZA DEL ELECTRODO	41
4.2 CONDUCTIVIDAD	43
4.2.1 MÉTODO: Método electrométrico (Standard	
Methods) 2510 B	43
4.2.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	43
4.2.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	44
4.2.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	44
4.2.5 VALORES DE REFERENCIA	44
4.2.6 MATERIALES Y EQUIPOS	44
4.2.6.1 Materiales	44
4.2.6.2 Equipos	45
4.2.7 REACTIVOS	45
4.2.8 METODOLOGÍA	45
4.2.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	
LA MUESTRA	45
4.2.8.2 PROCEDIMIENTO	45
4.2.9 CONTROL DE CALIDAD	46
4.2.10 RESULTADOS	46
4.2.10.1 CALCULOS	46
4.2.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	46
4.2.12 ANEXOS	46
4.2.12.1 RECOMENDACIONES	46

4.3 TURBIEDAD	48
4.3.1 MÉTODO: Turbidimétrico (Standard Methods)	
2130 B	48
4.3.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	48
4.3.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	49
4.3.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	49
4.3.5 VALORES DE REFERENCIA	49
4.3.6 MATERIALES Y EQUIPOS	49
4.3.6.1 Materiales	49
4.3.6.2 Equipos	49
4.3.7 REACTIVOS	49
4.3.8 METODOLOGÍA	50
4.3.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	
LA MUESTRA	50
4.3.8.2 PROCEDIMIENTO	50
4.3.9 CONTROL DE CALIDAD	50
4.3.10 RESULTADOS	51
4.3.10.1 CALCULOS	51
4.3.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	51
4.3.12 ANEXOS	51
4.3.12.1 RECOMENDACIONES	51
4.4 CLORO RESIDUAL	52
4.4.1 MÉTODO: Titulación volumétrica con FAS-	
DPD (Standard Methods) 4500Cl F	52
4.4.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	52
4.4.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	53
4.4.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	53
4.4.5 VALORES DE REFERENCIA	53
4.4.6 MATERIALES Y EQUIPOS	53
4.4.6.1 Materiales	53
4.4.6.2 Equipos	54 54
4.4.7 REACTIVOS	
4.4.8 METODOLOGÍA	55
4.4.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	55
LA MUESTRA	55 55
4.4.8.2 PROCEDIMIENTO	55 55
4.4.9 CONTROL DE CALIDAD 4.4.10 RESULTADOS	56
4.4.10 RESULTADOS 4.4.10.1 CALCULOS	56
4.4.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	56
4.4.11 DISPOSICION DE RESIDOOS 4.4.12 ANEXOS	56
4.4.12.1 RECOMENDACIONES	56
4.5 ACIDEZ	57
4.5.1 MÉTODO: Titulación por volumetría	57 57
(Standard Methods) 2310 B	31
4.5.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	57
4.5.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	58

4.5.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	58
4.5.5 VALORES DE REFERENCIA	58
4.5.6 MATERIALES Y REACTIVOS	58
4.5.6.1 Materiales	58
4.5.6.2 Equipos	58
4.5.7 REACTIVOS	59
4.5.8 METODOLOGÍA	60
4.5.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	
LA MUESTRA	60
4.5.8.2 PROCEDIMIENTO	60
4.5.9 CONTROL DE CALIDAD	60
4.5.10 RESULTADOS	61
4.5.10.1 CALCULOS	61
4.5.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	61
4.5.12 ANEXOS	61
4.5.12.1 RECOMENDACIONES	61
4.6 ALCALINIDAD	62
4.6.1 MÉTODO: Titulación por técnica volumétrica	
(Standard Methods) 2320 B	62
4.6.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	62
4.6.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	62
4.6.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	63
4.6.5 VALORES DE REFERENCIA	63
4.6.6 MATERIALES Y EQUIPOS	63
4.6.6.1 Materiales	63
4.6.6.2 Equipos	63
4.6.7 REACTIVOS	63
4.6.8 METODOLOGÍA	64
4.6.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	
LA MUESTRA	64
4.6.8.2 PROCEDIMIENTO	65
4.6.9 CONTROL DE CALIDAD	65
4.6.10 RESULTADOS	65
4.6.10.1 CALCULOS	65
4.6.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	66
4.6.12 ANEXOS	66
4.6.12.1 RECOMENDACIONES	66
4.7 COLOR APARENTE	67
4.7.1 MÉTODO: Comparación visual (Standard	
Methods) 2120 A	67
4.7.2 FUNDAMENTO	67
4.7.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	68
4.7.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	68
4.7.5 VALORES DE REFERENCIA	68
4.7.6 MATERIALES Y REACTIVOS	68
4.7.6.1 Materiales	68
4.7.6.2 Equipos	68

4.7.7 REACTIVOS	68
4.7.8 METODOLOGÍA	69
4.7.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	
LA MUESTRA	69
4.7.8.2 PROCEDIMIENTO	69
4.7.9 CONTROL DE CALIDAD	69
4.7.10 RESULTADOS	70
4.7.10.1 CALCULOS	70
4.7.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	70
4.7.12 ANEXOS	70
4.7.12.1 RECOMENDACIONES	70
4.8 COLOR VERDADERO	71
4.8.1 MÉTODO: Espectrofotometría método de	
Longitud de onda simple (Standard Methods)	
120C	71
4.8.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	71
4.8.3 INTERFERENCIAȘ DEL MÉTODO	71
4.8.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	71
4.8.5 VALORES DE REFERENCIA	72
4.8.6 MATERIALES Y REACTIVOS	72
4.8.6.1 Materiales	72
4.8.6.2 Equipos	72
4.8.7 REACTIVOS	72
4.8.8 METODOLOGÍA	72
4.8.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	70
LA MUESTRA	72
4.8.8.2 PROCEDIMIENTO	73
4.8.9 CONTROL DE CALIDAD	73
4.8.10 RESULTADOS	73
4.8.10.1 CALCULOS	73
4.8.11 DISPOSICIOÓN DE RESIDUOS	73
4.8.12 ANEXOS	74 74
4.8.12.1 RECOMENDACIONES	74 75
4.9 DUREZA TOTAL	75
4.9.1 MÉTODO: Volumétrico con EDTA (Standard	75
Methods) 2340 C 4.9.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	75 75
4.9.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	75 75
4.9.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	76
4.9.5 VALORES DE REFERENCIA	76
4.9.6 MATERIALES Y REACTIVOS	76
4.9.6.1 Materiales	76
4.9.6.2 Equipos	76
4.9.7 REACTIVOS	76
4.9.7.1 INDICADORES	77
4.9.8 METODOLOGÍA	78
4.9.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE	,

LA MUESTRA	78
4.9.8.2 PROCEDIMIENTO	78
4.9.9 CONTROL DE CALIDAD	78
4.9.10 RESULTADOS	78
4.9.10.1 CALCULOS	78
4.9.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	79
4.9.12 ANEXOS	79
4.9.12.1 RECOMENDACIONES	79
4.10 DUREZA AL CALCIO	80
4.10.1 MÉTODO: Volumétrico con EDTA (Standard	
Methods) 3500Ca B	80
4.10.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	80
4.10.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	80
4.10.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	81
4.10.5 VALORES DE REFERENCIA	81
4.10.6 MATERIALES Y REACTIVOS	81
4.10.6.1 Materiales	81
4.10.6.2 Equipos	81
4.10.7 REACTIVOS	81
4.10.7.1 INDICADORES	81
4.10.8 METODOLOGÍA	82
4.10.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO	
DE LA MUESTRA	82
4.10.8.2 PROCEDIMIENTO	82
4.10.9 CONTROL DE CALIDAD	82
4.10.10 RESULTADOS	83
4.10.10.1 CALCULOS	83
4.10.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	83
4.10.12 ANEXOS	83
4.10.12.1 RECOMENDACIONES	83
4.11 FOSFATOS	84
4.11.1 MÉTODO: Cloruro estannoso por	0.4
colorimetría (Standard Methods) 4500P D	84
4.11.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	84
4.11.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	85
4.11.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	85
4.11.5 VALORES DE REFERENCIA	85
4.11.6 MATERIALES Y EQUIPOS	85
4.11.6.1 Materiales	85
4.11.6.2 Equipos	85
4.11.7 REACTIVOS	85
4.11.8 METODOLOGÍA	86
4.11.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO	06
DE LA MUESTRA	86
4.11.8.2 PROCEDIMIENTO	86
4.11.9 CONTROL DE CALIDAD	87

4.11.10 RESULTADOS	87
4.11.10.1 CALCULOS	87
4.11.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	87
4.11.12 ANEXOS	87
4.11.12.1 RECOMENDACIONES	87
4.12 CLORUROS	89
4.12.1 MÉTODO: Volumétrico com Nitrato	
Mercúrico (Standard Methods) 4500Cl- C	89
4.12.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	89
4.12.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	89
4.12.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	90
4.12.5 VALORES DE REFERENCIA	90
4.12.6 MATERIALES Y EQUIPOS	90
4.12.6.1 Materiales	90
4.12.6.2 Equipos	90
4.12.7 REACTIVOS	90
4.12.8 METODOLOGÍA	91
4.12.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO	
DE LA MUESTRA	91
4.12.8.2 PROCEDIMIENTO	91
4.12.9 CONTROL DE CALIDAD	91
4.12.10 RESULTADOS	91
4.12.10.1 CALCULOS	91
4.12.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	91
4.12.12 ANEXOS	92
4.12.12.1 RECOMENDACIONES	92
4.13 HIERRO	93
4.13.1 MÉTODO: Colorimétrico (1,10 fenantrolina)	00
(Standard Methods) 3500Fe B	93
4.13.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	93
4.13.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	93
4.13.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	94
4.13.5 VALORES DE REFERENCIA	94
4.13.6 MATERIALES Y EQUIPOS	94
4.13.6.1 Materiales	94
4.13.6.2 Equipos	94
4.13.7 REACTIVOS	95
4.13.8 METODOLOGÍA	95
4.13.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO	05
DE LA MUESTRA	95 96
4.13.8.2 PROCEDIMIENTO	
4.13.9. CONTROL DE CALIDAD	96 97
4.13.10 RESULTADOS	97 97
4.13.10.1 CALCULOS	97 97
4.13.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS 4.13.12 ANEXOS	97
4.13.12 ANEXOS 4.13.12.1 RECOMENDACIONES	97 97
4. IJ. IZ. I NECOWENDACIONES	31

4.14 SULFATOS	98
4.14.1 MÉTODO: Turbidimétrico (Standard	
Methods) 4500SO4 E	98
4.14.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	98
4.14.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	98
4.14.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	99
4.14.5 VALORES DE REFERENCIA	99
4.14.6 MATERIALES Y EQUIPOS	99
4.14.6.1 Materiales	99
4.14.6.2 Equipos	99
4.14.7 REACTIVOS	99
4.14.8 METODOLOGÍA	100
4.14.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO	
DE LA MUESTRA	100
4.14.8.2 PROCEDIMIENTO	100
4.14.9 CONTROL DE CALIDAD	100
4.14.10 RESULTADOS	101
4.14.10.1 CALCULOS	101
4.14.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	101
4.14.12 ANEXOS	101
4.14.12.1 RECOMENDACIONES	101
4.15 NITRITOS	102
4.15.1 MÉTODO: Colorimetrico (Standard	
Methods)4500NO2 B	102
4.15.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	102
4.15.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	102
4.15.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	102
4.15.5 VALORES DE REFERENCIA	102
4.15.6 MATERIALES Y EQUIPOS	103
4.15.6.1 Materiales	103
4.15.6.2 Equipos	103
4.15.7 REACTIVOS	103
4.15.8 METODOLOGÍA	103
4.15.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO	400
DE LA MUESTRA	103
4.15.8.2 PROCEDIMIENTO	104
4.15.9 CONTROL DE CALIDAD 4.15.10 RESULTADOS	104
	104
4.15.10.1 CALCULOS 4.15.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	104 105
4.15.11 DISPOSICION DE RESIDOOS 4.15.12 ANEXOS	105
4.15.12 ANEXOS 4.15.12.1 RECOMENDACIONES	105
4.16 NITRATOS	105
4.16 NITRATOS 4.16.1 MÉTODO:Espectrofotometrico (Standard	100
Methods) 4500 NO3 B	106
4.16.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.	106
4.16.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO	106
	100

4.16.4 ALCANCE DEL MÉTODO.	107
4.16.5 VALORES DE REFERENCIA	107
4.16.6 MATERIALES Y EQUIPOS	107
4.16.6.1 Materiales	107
4.16.6.2 Equipos	107
4.16.7 REACTIVOS	107
4.16.8 METODOLOGÍA	108
4.16.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO	
DE LA MUESTRA	108
4.16.8.2 PROCEDIMIENTO	108
4.16.9 CONTROL DE CALIDAD	108
4.16.10. RESULTADOS	108
4.16.10.1 CALCULOS	108
4.16.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS	109
4.16.12 ANEXOS	109
4.16.12.1 RECOMENDACIONES	109
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	110

## INTRODUCCIÓN

# El papel del laboratorio en el control sanitario de aguas de consumo

Según el decreto Nº 2323 del 12 de Julio de 2006, por el cual se reglamenta parcialmente la Ley 9ª de 1979 con relación a la Red Nacional de Laboratorios y se dictan otras disposiciones de Vigilancia en Salud Pública; es necesario que los exámenes de laboratorio de interés en salud pública sean realizados por Laboratorios Nacionales de Referencia, laboratorios de salud pública departamentales y del Distrito Capital, y laboratorios de otros sectores que tengan relación con la salud humana, los cuales cooperarán según competencias normativas.

Como el agua para consumo humano se considera un evento de interés en salud pública, los laboratorios antes mencionados que participan de las actividades de vigilancia y control en salud pública, prestación de servicios, gestión de la calidad e investigación, deben atender para los anteriores fines, al Decreto 1575 del 9 de mayo de 2007: "por el cual se establece el Sistema para la Protección y Control de la Calidad del Agua para Consumo Humano".

Teniendo en cuenta que el agua resulta un elemento esencial para el desarrollo de cualquier forma de vida, es preciso señalar que también a través de ella se pueden adquirir diferentes enfermedades, ya sea por la presencia de compuestos químicos de carácter tóxico o por las especies microbianas con capacidad de generar síndromes infecciosos o toxicológicos. Por ello, es necesaria la realización de diferentes estudios analíticos físicos, químicos y microbiológicos de laboratorio que permitan determinar la calidad del agua que se consume en cualquier momento.

La Resolución 2115 de 22 de junio de 2007 "por medio de la cual se señalan las características, instrumentos básicos y frecuencias del sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano", establece en el caso de la vigilancia y el control, las competencias y los niveles en los que debe trabajar las Autoridades Sanitarias y las Personas Prestadoras, para monitorear y analizar las muestras de agua tomadas en puntos concertados, de tal manera que se pueda evaluar el Índice de Riesgo de la Calidad del Agua en el país.

El agua para consumo humano deberá ser salubre y limpia, estas condiciones se darán cuando no contenga ningún tipo de microorganismo, parásito o sustancia en una cantidad o concentración que pueda suponer un riesgo para la salud humana. Por este motivo, la normativa de aguas para consumo humano, creó el Índice de Riesgo de la Calidad del Agua

(IRCA), que es el grado de riesgo de ocurrencia de enfermedades relacionadas con el no cumplimiento de las características físicas, químicas y microbiológicas del agua para consumo humano.

Para obtener el indicador IRCA es necesario contar con los resultados de los análisis de las muestras de aguas realizadas en los laboratorios de vigilancia y control, independientemente del nivel de complejidad, especialización o áreas temáticas desarrolladas, y que permitan para los procesos de diagnóstico de la calidad, control de brotes y epidemias, atención de emergencias e investigación, tener la posibilidad con el IRCA de toma de decisiones para el control sanitario en los municipios y la vigilancia en salud pública de la población del país.

Es necesario resaltar que los laboratorios son parte fundamental de la prestación de servicios para la vigilancia y control de la calidad del agua para consumo humano y, por lo tanto, con la mejor capacidad de medición pueden brindar la cadena de trazabilidad metrológica a nivel nacional, de tal manera que los resultados de las muestras de agua para consumo humano sean confiables para la toma de decisiones, a partir de los reportes generados a través de Subsistema de Información para la Vigilancia de la Calidad del Agua para Consumo Humano (SIVICAP) y del Sistema Único de Información (SUI), liderado por el INS y la Superintendencia de Servicios Públicos Domiciliarios (SSPD), respectivamente.

#### Responsabilidad del laboratorio en el control sanitario de aguas de consumo

La credibilidad de la medición de un país es un factor clave no solo en términos de su comercio de exportación, sino también en cuanto a su capacidad para verificar la calidad de los productos que se producen o comercializan. En el país existen diferentes entidades que realizan actividades de metrología y que ofrecen servicios de trazabilidad a otros laboratorios. Sin embargo, presentan grandes limitaciones de recursos físicos, técnicos y de personal que han contribuido a que en Colombia haya laboratorios en importantes sectores de actividad productiva que no pueden asegurar la trazabilidad nacional e internacional de sus mediciones y por lo tanto se requiere que los laboratorios de referencia estén acreditados y reconocidos en sus análisis a partir de sus competencias.

Teniendo en cuenta esta situación, el Plan Nacional de Desarrollo 2010-2014 consolida por medio CONPES 3582, Política Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación, el Sistema Metrológico Nacional (SMN), como un componente primordial de la infraestructura para la innovación y el desarrollo tecnológico, en donde se requiere fortalecer la capacidad analítica y metrológica a nivel nacional en todas las áreas y para el caso particular, las relacionadas con la vigilancia y el control de la calidad del agua para consumo humano.

Es por esto que en según el Artículo 27 "requisitos mínimos para la autorización de los laboratorios que realizan análisis de agua para consumo humano", del Decreto 1575 de 2007, sin perjuicio de los demás requisitos exigidos por las demás autoridades competentes, el Ministerio de la Protección Social autorizará anualmente a los laboratorios que pueden realizar los análisis físicos, químicos o microbiológicos al agua para consumo humano, tanto para control como para vigilancia y diagnóstico general, los cuales deben cumplir como mínimo, con los siguientes requisitos:

- 1. Infraestructura, dotación, equipos y elementos de laboratorio necesarios para realizar los análisis.
- 2. Personal competente en esta actividad.
- 3. Participar en el Programa Interlaboratorio de Control de Calidad del Agua Potable (PICCAP), que lidera el Instituto Nacional de Salud cuya inscripción es anual.
- 4. Tener implementado un Sistema de Gestión de la Calidad y Acreditación por Pruebas de Ensayo ante entidades nacionales o internacionales que otorguen dicho reconocimiento.

Y cuyo parágrafo complementa que "los laboratorios que realicen análisis físicos, químicos y microbiológicos al agua para consumo humano, tendrán un plazo de dos (2) años para implementar el Sistema de Gestión de la Calidad y Acreditación por Pruebas de Ensayo, contados a partir de la fecha de publicación del presente decreto".

El Instituto Nacional de Salud tiene como responsabilidad bajo este decreto el "coordinar la Red Nacional de Laboratorios para el Control y la Vigilancia de la Calidad del Agua para Consumo Humano y dar orientaciones y directrices en esta área a los laboratorios que realicen o presten el servicio de los análisis físicos, químicos y microbiológicos".

En consecuencia, el Grupo de Salud Ambiental de la Subdirección Red Nacional de Laboratorios, en su Programa de Aguas para Consumo Humano, teniendo en cuenta las características básicas que hacen parte del Índice de Riesgo de la Calidad del Agua (IRCA), publica esta segunda versión del Manual de Métodos Físicoquímicos Básicos para el Análisis de Aguas para Consumo Humano, actualizando el realizado por este mismo grupo en el año 1999.

### Capítulo I Buenas prácticas de laboratorio

#### 1.1 Recursos en el laboratorio para análisis de aguas

Las Buenas Prácticas de Laboratorio (BPL) se definen como el conjunto de pasos, procedimientos estandarizados y prácticas establecidas y promulgadas por determinados organismos como la Food and Drug Administration (FDA), entre otros, consideradas de obligatorio cumplimiento para asegurar la calidad analítica e integridad de los datos producidos en determinados procesos y ensayos de laboratorio.

Los recursos necesarios incluyen al propio laboratorio, instrumentación, reactivos, personal, equipo director y gestión del laboratorio. En el Manual de Calidad, acorde con la Norma ISO 17025 de un laboratorio acreditado, debe contemplarse aspectos relativos a la gestión y criterios éticos del laboratorio, ya que la estructura y organización del mismo, puede influir en los resultados analíticos que genera.

La organización del laboratorio debe establecerse bajo el parametro de evitar su contaminación. La contaminación puede afectar a la muestra, a los reactivos, al material de vidrio, a los equipos e instrumentos y finalmente al ambiente del laboratorio.

Debe prohibirse comer o fumar, así como también el uso de cosméticos o productos de joyería susceptibles de contaminar los ensayos o pruebas realizados en el laboratorio.

#### 1.2 instalaciones

El laboratorio deberá contar con las instalaciones adecuadas para la realización de los ensayos y debe cumplir todas las exigencias técnicas de seguridad industrial y ocupacional.

Es conveniente en el análisis de aguas tener áreas separadas para las determinaciones de macro y micro componentes en la muestra. Nunca debe emplearse en una misma sala altas concentraciones de un reactivo en una determinación que resulte ser el analito buscado a niveles traza en otra.

El laboratorio debe construirse con materiales que no sean susceptibles de contaminar el ambiente. Los recintos deben ser limpios, las partículas atmosféricas y los humos deben controlarse a través de una adecuada circulación del aire.

Si hay dudas sobre cualquier agente en el ambiente del laboratorio, se analizan periódicamente alícuotas expuestas y no expuestas al ambiente del laboratorio y se comparan los resultados.

El espacio requerido por analista, depende del tipo de determinación y del número de muestras a maneiar.

A continuación se citan los requisitos generales de infraestructura

Tabla 1. Lista de chequeo para verificar el cumplimiento de los requisitos generales de infraestructura en un laboratorio de pruebas y ensayos

	LISTA DE CHEQUEO	SI	NO
1	Está localizado en un área independiente, de fácil acceso y evaluación.		
2	Dispone de áreas administrativas independientes del área analítica.		
3	Dispone de servicios sanitarios adecuados y acordes al número de personas		
	con que cuenta.		
4	Cuenta con un área asignada para guardarropa y dotación exigida para la		
	actividad analítica.		
5	Tiene establecido el acceso restringido y se encuentra debidamente señalizado.		
6	Dispone de un área independiente para la recepción e identificación de muestras que ingresan al laboratorio.		
7	Dispone de sistemas que garanticen condiciones ambientales, sí éstas afectan		
	la calidad de los resultados, deberán controlarse y registrarse.		
8	Cuenta con planta eléctrica y otros equipos necesarios que permitan garantizar suministro y estabilidad del fluido eléctrico.		
9	Dispone de programas de manejo, almacenamiento y disposición de residuos generados por el laboratorio.		
10	Cuenta con un área de almacenamiento de muestras y materiales de ensayo en		
	condiciones que garanticen su estabilidad y que eviten la contaminación		
	cruzada.		
11	Cuenta con un área para el almacenamiento de reactivos, materiales e insumos		
	debidamente identificados y localizados.		
12	Las sustancias que son tóxicas se almacenan en lugar seguro para prevenir cualquier riesgo.		
13	Se tienen identificados los productos de control especial en sitio de acceso restringido y se registra regularmente su uso, de acuerdo a los reglamentos establecidos por la autoridad competente.		
14	Dispone de zonas de preparación de muestras acorde a las exigencias del		+
'	método y que permita que se mantengan sin alterar sus condiciones originales.		
15	Se encuentran identificadas las diferentes tuberías de gases, agua, vapor, y		
'	otros gases que se utilicen en el laboratorio.		
16	Cuenta con cámaras extractoras de vapores ácidos, bases y solventes		
	orgánicos.		
17	Dispone de un área separada de balanzas, que evite la entrada de corrientes de		
	aire, vibraciones.		
18	Dispone de áreas independientes para la ubicación y operación de equipos de		
40	laboratorio.		_
19	Dispone de áreas de lavado de material que garanticen el lavado del mismo y eviten la contaminación cruzada.		
20	Tiene previsto un plan de recolección, almacenamiento, disposición de residuos		
	químicos de acuerdo con la normatividad vigente para la protección del medio		
	ambiente.		

Fuente: Basado en la publicación: Buenas Prácticas de Laboratorio Un modelo de gestión de calidad y evaluación de la competencia de los laboratorios de pruebas y ensayos. USAID/programa MIDAS.

#### 1.3 Organización y personal

El laboratorio debe disponer de una estructura organizacional en la cual las responsabilidades del personal estén claramente definidas en concordancia con las actividades asignadas a su cargo, igualmente el entrenamiento y calificaciones

necesarias para desempeñarse en la operación de los ensayos analíticos constituyen un elemento crítico para asegurar la confiabilidad de los resultados.

La Política de Calidad debe constituir una parte fundamental de la política general del laboratorio y debe ser entendida, implementada y mantenida, con una formulación clara y con un plan de formación del personal de la empresa, evitando de esta manera la resistencia personal a la implantación de dicha política. La Política de Calidad se debe someter a un constante proceso de mejora, que se relaciona con cuestiones de productividad, creatividad e innovación.

Tabla 2. Lista de chequeo para verificar el cumplimiento de los requisitos de personal en un laboratorio de pruebas y ensayos.

	LISTA DE CHEQUEO	SI	NO
1	El laboratorio dispone de personal suficiente con la educación, capacitado para		
	desarrollar las funciones asignadas acorde con el área analítica en la que ejerce.		
2	Dispone de una estructura organizacional en la que se definen perfiles de cargos,		
	funciones, responsabilidades y autorizaciones para la realización de actividades		
	críticas que influyen en la medición.		
3	Garantiza en la estructura organizacional que el proceso analítico está libre de		
	presiones y hay independencia e imparcialidad.		
4	Se dispone de un programa de capacitación y entrenamiento del personal que		
	ingresa nuevo y de aquel cuyo desempeño esta fuera de lo especificado.		
5	Cuenta con profesionales con el grado de especialización requerido en las áreas		
	pertinentes con el desempeño analítico del laboratorio.		
6	El personal que opera equipos de diferente tecnología ha sido capacitado,		
	entrenado y calificado en el uso adecuado de éstos equipos.		
7	Se cuenta con un plan de calificación de desempeño profesional mediante el uso		
	periódico de materiales de referencia.		
8	Participa el laboratorio periódicamente en evaluaciones interlaboratorio y en las		
	pruebas y ensayos de aplicación rutinario.		
9	Se dispone de algún tipo de evaluación periódica de desempeño intralaboratorio.		
10	Se encuentra el personal de laboratorio vinculado de manera que se garantice la		
L	continuidad de la prestación del servicio.		
11	Se cuentan con procedimientos para el entrenamiento y supervisión del personal		
	que ingresa nuevo al laboratorio para evaluar su desempeño antes de iniciar el		
40	procesamiento de muestras.		
12	Existe personal con experiencia y formación apropiada y habilidades demostradas		
	para el desarrollo de tareas específicas.		
13	Se cuenta para todos los cargos de un suplente que realice las mismas labores y		
	funciones del titular.		

Fuente: basado en la publicación Buenas Prácticas de Laboratorio Un modelo de gestión de calidad y evaluación de la competencia de los laboratorios de pruebas y ensayos. USAID/programa MIDAS.

#### 1.4. Equipos e instrumentos de medición

El laboratorio deberá disponer de la dotación de equipos e instrumentos de medición debidamente mantenidos y calibrados para así minimizar la incertidumbre en la medición de acuerdo a las exigencias de las metodologías aplicadas.

Los equipos de laboratorio empleados para análisis de microcontaminantes deben reservarse si es posible exclusivamente para este fin, organizando el laboratorio en grupos de equipos, para un conjunto de aplicaciones analíticas, a fin de evitar la contaminación cruzada.

Los equipos, cuando no estén en uso deben permanecer cubiertos con el fin de reducir el riesgo de contaminación por reactivos y muestras.

Tabla 3. Lista de chequeo para verificar el cumplimiento de los requisitos de los equipos e instrumentos de medición en un laboratorio de pruebas y ensayos.

	LISTA DE CHEQUEO	SI	NO
1	El laboratorio cuenta con los equipos necesarios para la aplicación de las pruebas		
	y ensayos, acordes con los niveles de exactitud requeridos.		
2	Los equipos del laboratorio se encuentran debidamente identificados y localizados.		
3	Se dispone de programas de verificación intermedia para los instrumentos y equipos de medición.		
4	Tiene el laboratorio un programa de mantenimiento de equipos y calibración de instrumentos de medición.		
5	Se demuestra trazabilidad metrológica en los instrumentos de medición.		
6	Mantiene el laboratorio los registros de verificación de funcionamiento de los		
	equipos e instrumentos de medición.		
7	Se dispone del manual del fabricante y de las instrucciones actualizadas sobre uso mantenimiento de los equipos e instrumentos de medición.		
8	Los equipos e instrumentos de medición del laboratorio que poseen incidencia en		
	los resultados, son operados por personal autorizado.		
9	Se identifican los equipos o instrumentos de medición cuando se encuentran fuera de especificaciones o fuera servicio.		

Fuente: basado en la publicación Buenas Prácticas de Laboratorio Un modelo de gestión de calidad y evaluación de la competencia de los laboratorios de pruebas y ensayos. USAID/programa MIDAS.

#### 1.5. Materiales e insumos

Estos son necesarios para adelantar el proceso analítico y deberán estar acorde con la finalidad de los análisis, estos no deben ser interferencia ni causar invalidez de los resultados

Para la mayoría de los propósitos, el vidrio puede ser borosilicato, pero en casos de análisis de B, Si, Al o Na en aguas, puede ser preciso el empleo de material PTFE (Politetrafluoretileno).

Cuando se usa material plástico, cuya calidad no se conoce, se debe proceder a chequear si contamina alguna etapa del procedimiento analítico, basado en la metodología de monitoreo-capacitación-planificación.

El laboratorio debe disponer de los implementos de seguridad necesarios: protectores de ojos, mascarillas, guantes, gorros, extintores, ducha de seguridad, lavaojos, sistema de manejo de productos tóxicos y corrosivos como campanas extractoras, sistema de ventilación, etc.

Los procesos de limpieza del material de laboratorio deben especificarse en el correspondiente Procedimiento Normalizado de Ensayo. Cuando se empleen detergentes en la limpieza, se deben lavar cuidadosamente con agua de la llave y agua destilada, y quizá previamente con algún ácido o álcali diluidos o con disolventes orgánicos.

El agua y los gases empleados en el laboratorio pueden precisar de posterior

purificación para ciertos usos. Los gases deben purificarse empleando filtros especiales como un tamiz molecular, sales anhidras, carbón activado y trampa de oxígeno. Para conseguir agua de alta calidad es necesario disponer de equipos especiales.

Tabla 4. Lista de chequeo para verificar el cumplimiento de los requisitos de los materiales e insumos utilizados en un laboratorio de pruebas y ensayos.

	LISTA DE CHEQUEO	SI	NO
1	Conoce el laboratorio el comportamiento de los materiales que entran en contacto con las muestras y con los diferentes reactivos.		
2	Dispone el laboratorio de los procedimientos para la limpieza y desinfección de los materiales utilizados en pruebas biológicas y microbiológicas.		
3	Tiene el laboratorio información del deterioro sufrido por el material debido a contacto con ácidos y bases fuertes.		
4	Se tiene previsto el uso de material exclusivo para la aplicación de métodos de análisis de residuos y contaminantes químicos.		
5	Se realiza la verificación periódica del estado de calibración de material volumétrico utilizado rutinariamente en el laboratorio (micro pipetas, pipetas, balones aforados, tituladores).		
6	El laboratorio realiza rutinariamente la evaluación de inhibidores de crecimiento (residuos de detergente o desinfectante) en los materiales utilizados para pruebas biológicas y microbiológicas.		
7	En los materiales plásticos se cuenta con la información que permite identificar la estabilidad de los mismos frente a los reactivos de uso frecuente en el laboratorio.		
8	Dispone el laboratorio de la información sobre el uso adecuado de los materiales volumétricos para prevenir errores en la medición.		
9	Tiene el laboratorio pipeteadores adecuados.		

Fuente: basado en la publicación Buenas Prácticas de Laboratorio Un modelo de gestión de calidad y evaluación de la competencia de los laboratorios de pruebas y ensayos. USAID/programa MIDAS.

Los reactivos, patrones y materiales de referencia que se utilizan para la realización de los ensayos son determinantes en la obtención de un resultado satisfactorio, por lo tanto estos deben ser de la más alta calidad analítica y deben venir con los certificados de análisis correspondientes, los patrones y materiales de referencia deben venir con los correspondientes certificados de trazabilidad indicando la incertidumbre.

#### 1.6. Reactivos, patrones y materiales de referencia

Los Materiales de Referencia Certificados (MRC) ocupan un papel destacado en los análisis de contaminantes en aguas. La pérdida de calidad en un MRC conduce a un incremento significativo de la incertidumbre de la medida. No es aceptable el uso de estándares de pureza o composición desconocida.

Los estándares no deben almacenarse conjuntamente con las muestras. La calidad de los estándares como las de sus disoluciones se deterioran con el tiempo. Muchos de estos cambios pueden evidenciarse a través de una inspección ocular (depósitos, turbidez, cambios de color, etc).

Tabla 5. Lista de chequeo para verificar el cumplimiento de los requisitos de los reactivos, patrones y materiales de referencia utilizados en un laboratorio de pruebas y ensayos.

	LISTA DE CHEQUEO	SI	NO
1	Todos los reactivos y medios utilizados en el laboratorio son de calidad acorde con		
	las exigencias dadas por los métodos aplicados rutinariamente.		
2	Los reactivos son adquiridos a proveedores adecuados, seleccionados y		
	evaluados.		
3	En la compra de los reactivos y medios se exige el certificado de análisis,		
	certificados de trazabilidad y lote que permita hacer seguimiento y control.		
4	Los reactivos y medios de cultivo que se preparan en el laboratorio se realizan de		
	acuerdo con las directrices especificadas en el método.		
5	Está definido el responsable de preparación de los reactivos y queda evidencia de		
	ésta operación en el registro correspondiente.		
6	La identificación de los reactivos y medios de cultivo preparados en el laboratorio		
	tienen la información suficiente para realizar la trazabilidad correspondiente.		
7	El laboratorio verifica en la recepción de los reactivos y patrones que corresponde		
	a la calidad solicitada y que los sellos de seguridad se encuentran en buen estado.		
8	El laboratorio tiene definida la calidad del agua que requiere para los ensayos y		
	para la preparación de soluciones y controla el cumplimiento de estas		
_	especificaciones.		
9	Se dispone de patrones de referencia para las verificaciones intermedias de		
	instrumentos de medición.		
10	Se dispone de los patrones necesarios para el seguimiento rutinario en la		
L	aplicación de las metodologías del laboratorio.		
11	Los patrones y materiales de referencia certificados, los secundarios y los de		
	trabajo con que cuenta el laboratorio satisfacen las necesidades de las		
	metodologías aplicadas.		

Fuente: basado en la publicación Buenas Prácticas de Laboratorio Un modelo de gestión de calidad y evaluación de la competencia de los laboratorios de pruebas y ensayos. USAID/programa MIDAS.

#### 1.7. Métodos de ensayo

Es recomendable adoptar métodos normalizados para la realización de los ensayos, estos deben estar en función del resultado evaluando entre otros: detección, aislamiento, recuperación, cuantificación e identificación para obtener resultados confiables y reproducibles.

Un blanco, con reactivos y solvente debe procesarse con cada grupo de muestras para chequear posible contaminación. Si se obtiene una señal alta, debe comprobarse de manera individualizada, cada uno de los componentes del blanco, hasta encontrar el origen de la contaminación procediendo a su sustitución. En este sentido es tan importante controlar la pureza de un reactivo, como controlar el porcentaje y clase de impurezas.

Tabla 6. Lista de chequeo para verificar el cumplimiento de los requisitos de los métodos de ensayo utilizados en un laboratorio de pruebas y ensayos.

	LISTA DE CHEQUEO	SI	NO
1	El laboratorio dispone de los manuales de métodos normalizados sobre los que se		
	fundamenta el método.		
2	En la rutina analítica el laboratorio utiliza únicamente métodos normalizados.		
3	El laboratorio se basa en metodologías normalizadas y evidencia su correspondiente validación secundaria.		
4	Se utilizan métodos normalizados en los cuales se han realizado alguna modificación y se evidencia la correspondiente validación.		
5	En la rutina analítica el laboratorio utiliza métodos no normalizados y se evidencia la correspondiente validación primaria.		
6	Cuenta el laboratorio con métodos desarrollados y evidencia la validación primaria correspondiente.		
7	Tiene previsto el laboratorio el uso específico de los métodos de acuerdo con los rangos de concentración en que se encuentran los analitos a determinar.		

Fuente: basado en la publicación Buenas Prácticas de Laboratorio Un modelo de gestión de calidad y evaluación de la competencia de los laboratorios de pruebas y ensayos. USAID/programa MIDAS.

#### 1.8. Manejo documental

El laboratorio debe contar con un sistema documental actualizado, definido por el propio sistema de calidad, este debe evidenciar todas las actividades que influyan en la calidad de los resultados y deben permitir el control y seguimiento de los mismos.

Un recurso esencial en el laboratorio es el uso de un Sistema de Calidad que aplica los siguientes conceptos:

**Calidad externa:** está referida a productos o procesos que son objeto del ente público o privado del cual depende el laboratorio.

Calidad interna, se distinguen:

- Calidad del trabajo que se realiza
- Calidad de los resultados que se generan

**Sistema de calidad:** organización de estructuras, responsabilidades, procedimientos y recursos que se establecen para implementar la Gestión de Calidad.

**Política de calidad:** conjunto de criterios y directrices de una organización, relativos a la calidad, expresados formalmente por la dirección.

**Gestión de calidad:** conjunto de actividades de gestión general, que determina la Política de calidad, los objetivos y responsabilidades, así como su realización a través de un plan estratégico.

**Garantía de calidad:** serie de acciones planificadas y sistemáticas precisas para proporcionar confianza sobre el cumplimiento de requisitos de calidad por parte del producto.

**Control de calidad:** combinación de sistemas, procedimientos, instrucciones y actividades realizadas, para controlar y mantener un trabajo de calidad.

**Evaluación de la calidad:** contraste sistemático y continuado de las actividades implicadas en el control de la calidad.

No es posible garantizar la calidad de un resultado sin que este sea obtenido en un laboratorio trabajando de acuerdo con un Sistema de Calidad. Una de las características de estos sistemas es la documentación de actividades. El empleo de procedimientos escritos es imprescindible, además de su revisión periódica. El laboratorio debe disponer de un procedimiento para control de documentos.

A fin de observar la trazabilidad de las medidas, los pesos y medidas realizadas en el laboratorio, deben trazarse a patrones o al Sistema Internacional. Esto implica disponer de patrones de pesada, medida de color, etc. Así como la necesidad de adquirir material certificado (por ejemplo: termómetros) o la calibración de material en el laboratorio.

Dentro de las BPL es muy importante el manejo de registros y documentos ya que con ellos es posible hacer un seguimiento o trazabilidad de un proceso en cualquiera de las etapas, incluyendo la custodia desde el momento de ser tomada, embalada, transportada, recepcionada, analizada y eliminada. Con base en lo anterior en todos los registros se debe evidenciar: qué se hizo, cómo se hizo, cuándo fue realizado, quién lo realizó, quién lo autorizó.

#### 1.9. Operaciones de BPL sobre la preparación de soluciones

Las diferentes operaciones realizadas en el laboratorio en cuanto a la preparación de soluciones, preparaciones de patrones, toma de alícuotas, disolución de sales, mezcla de reactivos, afore de soluciones, manejo de patrones, entre otros tienen un efecto directo sobre la realización de los ensayos y, por lo tanto, van a influenciar el resultado analítico.

Disoluciones preparadas en solventes orgánicos pueden evaporarse dada su alta tensión de vapor, lo que derivará en un aumento de la concentración de la disolución.

Es aconsejable pesar la disolución antes y después de tomar una determinada alícuota, a fin de controlar posibles pérdidas por evaporación durante el almacenamiento.

Otras pérdidas pueden producirse por la sorción o descomposición del analito en las paredes del recipiente. Asimismo, por contaminación y quizá subsiguiente interacción entre el analito y el contaminante.

En muchos casos es aconsejable adicionar agentes preservantes a las disoluciones tales como agentes complejantes, ácidos, oxidantes y desde luego asegurarse de que en esta adición de reactivos no se produce una contaminación de la disolución.

Figura 1. Buenas prácticas de laboratorio relacionadas con el manejo de material volumétrico.

#### Buenas prácticas de laboratorio (BPL),



Fuente: adaptación de imágenes catálogo general de productos BRAND GMBH + CO KG

A continuación se citarán algunos aspectos técnicos directamente relacionados con BPL, los cuales en conjunto con los nombrados en las listas de chequeo, proveerán al laboratorio de herramientas suficientes para emitir resultados confiables y seguros.

Siempre utilice material volumétrico clase A tanto pipetas como balones aforados, en el caso de utilizar micropipetas estas deben estar debidamente calibradas en el rango de volumen de trabajo. Tanto para muestras como para soluciones y patrones siempre agite las muestras para homogenizar los analitos a determinar, hasta donde sea posible trabaje con las soluciones y patrones a temperatura ambiente.

#### 1.9.1 Disolución de sales - Preparación de Patrones

Una vez pesada la sal correspondiente, nunca la transfiera al balón aforado y mucho menos intente disolverla dentro de este. Disuelva la sal en un vaso de precipitado en un volumen adecuado de solvente, si el procedimiento incluye adición de ácidos fuertes o bases fuertes, siempre adicione estos reactivos en el vaso de precipitado, ya que la adición de estos en un balón aforado generará procesos de disolución endotérmicos o exotérmicos que pueden llegar a afectar el volumen nominal del balón. Una vez disuelta la sal, realice una transferencia cuantitativa de la solución al balón aforado con un volumen de solvente adecuado en su interior y lleve a volumen con solvente teniendo en cuenta las indicaciones para el afore de balones y pipetas.

#### 1.9.2 Preparación de Patrones de Trabajo

Generalmente la preparación de patrones se realiza efectuando una dilución de una solución más concentrada, por lo tanto tenga en cuenta las siguientes indicaciones:

Para tomar una alícuota no introduzca la pipeta o micropipeta directamente sobre el patrón concentrado ya que puede contaminar la solución de partida. Tome un volumen de patrón en un recipiente adecuado, purgue la pipeta y transfiera el volumen adecuadamente al balón aforado parcialmente lleno con solvente y posteriormente lleve a volumen con solvente teniendo en cuenta las indicaciones para el afore de balones y pipetas.

#### 1.9.3 Uso de Pipetas Aforadas y Micropipetas

Tenga en cuenta los insertos y manuales de los materiales de referencia, sin embargo, por lo general tenga en cuenta:

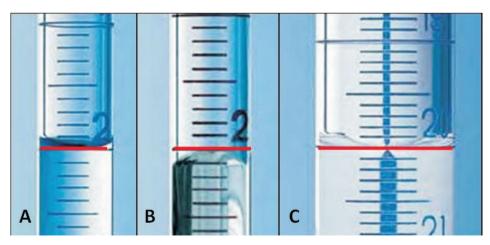
**Pipetas aforadas:** una vez purgada la pipeta, tome la alícuota teniendo en cuenta las indicaciones para el afore de balones y pipetas, posteriormente dispense el volumen considerando los tiempos de expulsión (si el material está ajustado por vertido) o realizando expulsión total de la pipeta (si el material está ajustado por contenido) según aplique y sea requerido. Tenga en cuenta los cuidados de manejo establecidos por el fabricante.

**Micropipetas:** generalmente la micropipeta tiene dos topes, el primero toma la alícuota para expulsar el volumen, debe accionar tanto el primero como el segundo tope.

#### 1.9.4 Afore de balones y pipetas

Si trabaja con balones y/o pipetas aforadas o graduadas, tenga en cuenta lo ilustrado en la siguiente figura:

Figura 2. Diferentes ajustes del menisco.



Fuente: Guía de información de material volumétrico BRAND GMBH + CO KG.

En el cuadro A se plantea el afore para balones y pipetas aforadas o graduadas con líquidos hidrofílicos, como agua, etanol, etc. (Menisco cóncavo sobre la línea de afore o graduación requerida).

En el cuadro B se plantea el afore para balones y pipetas aforadas o graduadas con líquidos hidrofóbicos como: solventes grasos, cloroformo, etc. (Menisco convexo sobre la línea de afore o graduación requerida).

En el cuadro C se plantea el afore para balones y pipetas aforadas o graduadas con líquidos hidrofílicos, como agua, etanol, etc., empleando un material de vidrio con franja de Schellbach. Se observan dos puntas de flecha a la altura del menisco. La lectura se realiza a la altura del punto de contacto de las dos puntas.

## 1.9.5 Manejo y Uso de Celdas para Espectrofotómetros, Colorímetros y Turbidímetros

Inicialmente tenga en cuenta el material del cual está fabricada la celda, ya que cada ensayo analítico trabaja con celdas específicas para su lectura, o dependiendo de la naturaleza de la matriz puede usarse indiscriminadamente, sin embargo, entre otros materiales se tienen: celdas de cuarzo, celdas de vidrio, celdas poliméricas.

Por ningún motivo combine celdas de diferente material para determinar lecturas sobre una misma corrida.

Nunca utilice celdas en mal estado o rayadas para realizar las lecturas analíticas ya que estas pueden generar resultados anómalos.

#### 1.10. Control de calidad

Los gráficos de control permiten observar y analizar el comportamiento sobre el tiempo de un producto, que en nuestro caso es un resultado; dicho proceso nos permite evaluar si el resultado se encuentra o no bajo control, el criterio de elección de los patrones de control se determina internamente por el laboratorio, generalmente se maneja un estándar de bajo rango (EBC) y un estándar de alto rango (EAC).

Generalmente los gráficos de control vienen dados por 5 líneas paralelas. La línea central se genera con el promedio de los resultados de la variable analizada (LC). Las siguientes dos líneas superior e inferior corresponden a los límites de superior e inferior de alarma (LSA) (LIA), corresponden al promedio más dos desviaciones estándar y al promedio menos dos desviaciones estándar con un nivel de confianza del 95%. Las siguientes dos líneas pertenecen al límite superior de control (LSC), y límite de inferior de control (LIC) y corresponden al promedio más tres desviaciones estándar, y el promedio menos tres desviaciones estándar con un nivel de confianza del 99%.

Una vez elaborada la carta de control, la determinación analítica o control analizado se grafica en esta en función del tiempo, si el dato se encuentra dentro del LSA y el LIA se acepta que el resultado está bajo control estadístico, si el resultado está por

fuera del LSC o el LIC se dice que el resultado está fuera de control estadístico, por lo tanto es necesario detener los análisis y evaluar las causas de la desviación, corregirlas y tomar las acciones necesarias para evitar la repetición del suceso investigado.

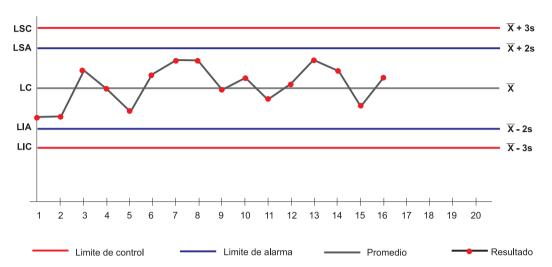


Figura 3. Diagrama de gráfico de control.

Fuente: Grupo Salud Ambiental – Subdirección Red Nacional de Laboratorios – Laboratorio Fisicoquímico de Aguas. Basado en AWWA – APHA – Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21 Ed.

Para efectos prácticos es aconsejable recalcular los límites y promedios con una frecuencia que puede ser mensual, trimestral, anual, aunque esta decisión depende del número de mediciones que se obtengan en los procesos.

#### 1.10.1 Interpretación y Criterios de Evaluación

Si los límites de advertencia se encuentran a un nivel de confianza del 95%, es posible que uno (1) de veinte (20) datos en promedio pueda exceder ese límite, mientras que sólo uno de cien (100) datos podría exceder los límites de control. Utilizando los anteriores lineamientos que están basados en estos parámetros estadísticos, es posible realizar el siguiente análisis (ver figura 4):

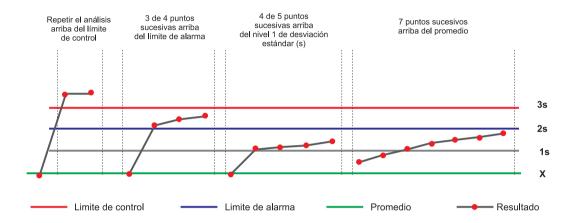
Límite de Control: si una medida excede un límite de control, repita el análisis inmediatamente. Si la repetición se encuentra dentro de los límites de control, continúe con los análisis; si excede el límite de control es necesario parar los análisis y corregir el problema.

Límites de Alarma: si dos de tres puntos sucesivos exceden un límite de alarma analice otra muestra. Si el punto siguiente se encuentra dentro del límite de alarma continúe con los análisis, pero si el siguiente punto excede el límite de alarma evalúe el sesgo potencial y corrija el problema.

Desviación Estándar: si cuatro de cinco puntos sucesivos se encuentran por fuera de la primera desviación estándar, o se encuentran en orden creciente o decreciente, analice otra muestra. Si el resultado de este análisis se encuentra dentro de la primera desviación estándar o cambia la tendencia continúe con los análisis; de lo contrario, detenga los análisis y corrija el problema.

Tendencias: si siete (7) muestras sucesivas se encuentran en el mismo lado de la línea central, es necesario parar los análisis y corregir el problema. Esta consideración aplica cuando los datos se encuentren por debajo o por encima de la línea central pero no en ambos lados. Después de corregir el problema reanalice las muestras analizadas dentro de la última medida controlada y las medidas que estaban fuera de control.

Figura 4. Carta de control con datos registrados que están por fuera de límites de control, representación de la mitad superior del gráfico.



Fuente: Grupo Salud Ambiental – Subdirección Red Nacional de Laboratorios – Laboratorio Fisicoquímico de Aguas. Basado en AWWA – APHA – Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21 Ed.

#### Capitulo II Validación de metodos

La aplicación de un método analítico cuantitativo implica una serie de etapas sucesivas que van desde la definición del problema analítico y el muestreo hasta el cálculo y expresión de los resultados. En estas etapas, la validación de un método es importante para confirmar que cada etapa del proceso analítico empleado para un ensayo determinado es adecuado para su fin.

La validación constituye una parte integral de las Buenas Prácticas de Laboratorio, así como una parte esencial del programa de aseguramiento de la calidad y por consiguiente de la garantía de los resultados. Por lo anterior, los métodos analíticos tienen que ser validados o revalidados:

- Tras su desarrollo y antes de su uso en análisis de rutina.
- Siempre que se modifiquen las condiciones operativas del método.
- Siempre que se modifiquen las condiciones en las que el método fue validado, por ejemplo: para una matriz diferente, uso de otro instrumento, etc.
- Cuando el control de calidad indica que el método proporciona resultados, fuera del margen establecido como aceptable.

Una vez que el método ha sido seleccionado o desarrollado en función del problema analítico a resolver, se lleva a cabo la validación del mismo. En primer lugar se calculan los parámetros del método, la validación completa requiere un control de calidad y un chequeo de idoneidad del mismo, si es posible usando MRC, con el fin de obtener una información realista de la incertidumbre de los resultados de rutina.

Los chequeos de idoneidad han de ser establecidos para cada método particular y son ensayos que se realizan para asegurar la resolución del sistema antes o durante su aplicación, mediante la verificación del valor de algunos parámetros del método previamente seleccionados para este fin. Estos chequeos son un indicador de que equipos, electrónica, operaciones analíticas y muestras constituyen un sistema integral que puede ser evaluado como un todo.

Una vez completado el proceso de validación, es importante documentar los procedimientos de forma que el método pueda ser llevado a cabo de la misma manera cada vez que se aplique. La documentación debería incluir un procedimiento escrito, de forma detallada, con un resumen de los parámetros de validación y criterios de aceptación, control de calidad y chequeos de idoneidad. Todo esto adecuadamente redactado y organizado, constituiría un Procedimiento Normalizado de Trabajo.

La validez de un método es demostrada en experimentos de laboratorio usando muestras o estándares, que son similares a las muestras desconocidas analizadas

en rutina, los denominados Materiales de Referencia (MR) o Materiales de Referencia Certificados (MRC).

El MR es un material o sustancia altamente pura que tiene una o varias de sus propiedades, suficientemente establecidas para: validar un método analítico, calibrar un instrumento y asignar valores a un material.

El MRC es un MR acompañado de un certificado, en el cual uno o más de los valores de sus propiedades están certificados por un procedimiento que establece su trazabilidad, cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con la indicación de un nivel de confianza.

La validación de un método pone de manifiesto que los resultados obtenidos tras su aplicación son trazables a un MR o MRC.

Adicionalmente existen otros atributos o características analíticas: las propiedades metrológicas, la trazabilidad, la incertidumbre o inercia. Todas estas propiedades se utilizan como parámetros analíticos de calidad en la validación de métodos.

#### 2.1 Etapas de la validación

En la tabla se presenta un procedimiento de validación ideal y completo para la mayoría de los métodos.

Tabla 7. Etapas de un procedimiento de validación completo

ETAPAS	PROCESO		
Etapas Preliminares			
Identificar el problema	Necesidades del cliente		
Selección del método	Entre los ya desarrollados		
Desarrollo de un nuevo método	Optimización		
Validación del método			
Linealidad y Rango	Bondad del ajuste		
Precisión			
Repetibilidad	Dentro del día		
Precisión intermedia	Entre días (analistas, instrumentos)		
Reproducibilidad	Entre laboratorios		
Exactitud: veracidad (Porcentaje de recuperación)	MR, muestras fortificadas (Porcentaje de recuperación), método de referencia.		
Limites de detección y cuantificación	Blancos, S/R.		
Especificidad/Selectividad	Estudio de interferencias		
Recuperación	Muestras fortificadas de concentración		
	conocida		
Inercia	Influencia de pequeñas variaciones de operación		
Incertidumbre	Cálculo en cada una de las etapas		
Control de calidad	Blancos, muestras fortificadas, puntos de control crítico		
Idoneidad del sistema	Criterios de aceptación de rutina (gráficos de control)		
Etapas Adicionales	,		
Documentación del método	Escribir todo el trabajo experimental y de validación		
Descripción de todas las etapas	Preparar los Procedimientos Normalizados de Trabajo		
Autorización para el uso del método	-		
Revisión del método	Actualización de los Procedimientos Normalizados de Trabajo		

Fuente de tabla: Grupo Salud Ambiental – Subdirección Red Nacional de Laboratorios – Laboratorio Fisicoquímico de Aguas

El método podría ser utilizado, previa autorización y con el tiempo podría ser actualizado. La obtención de información analítica de calidad, además de requerir del uso de métodos validados, necesita:

- Muestreo representativo
- Adecuada manipulación de muestras y estándares
- Uso de estándares o de MR de gran exactitud
- Uso de equipos (hardware y software) calibrados
- Operadores calificados
- Conocimiento de la ciencia analítica
- Implantación de un Sistema de Calidad en el Laboratorio

La validación de métodos es una parte integral del conjunto de factores que afectan la exactitud de los resultados, los beneficios de llevarla a cabo son mayores que sus desventajas.

# Capitulo III Medida de la incertidumbre

La medida de la incertidumbre es un parámetro asociado con los resultados de una medida que caracteriza la dispersión de los valores que podrían razonablemente ser atribuidos a la medida.

Los parámetros pueden ser por ejemplo una desviación estándar (o un múltiplo de esta), o la mitad de la amplitud de un intervalo que se ha establecido como nivel de confianza.

La medida de la incertidumbre comprende muchos componentes, algunos de estos componentes pueden ser evaluados desde la distribución estadística de resultados de una serie de medidas y puede ser caracterizado por desviaciones estándar experimentales. Los otros componentes que también pueden ser caracterizados por desviaciones estándar, son evaluados desde la presunción de distribuciones de probabilidad basados en la experiencia u otra información.

Se sobreentiende que el resultado de una medida es el mejor estimado de la medición y que todos los componentes de la incertidumbre, incluidos aquellos que resultan de efectos sistemáticos, como los componentes asociados con correcciones y estándares de referencia, contribuyen a la dispersión.

#### 3.1 Qué es la medida de la incertidumbre?

Los resultados analíticos son variables y muchos resultados analíticos cuantitativos toman la forma "a±2u" ó "a±U" donde:

"a" es el mejor estimado de el valor verdadero de la concentración de la medida (Resultado analítico).

"u" es la incertidumbre estándar

"U2 (igual a 2u) es la incertidumbre expandida.

El rango "a±2u" representa un nivel del 95% de confianza en el cual el valor verdadero puede encontrarse.

El valor "Ú" o "2u" es el valor usado y reportado normalmente por los analistas, normalmente referido como medida de la incertidumbre y puede ser estimado por diferentes vías.

La medida de la incertidumbre es la variabilidad alrededor de los resultados reportados, los cuales son cuantificados como un valor "U", cuando se considera la incertidumbre expandida y dentro del cual el resultado verdadero puede encontrarse.

# La medida de la incertidumbre aplica a:

Todo el proceso de medida y la estimación de la medida de la incertidumbre está asociada con un resultado pero no está asociada con un método, además los valores obtenidos en la validación de un método pueden en algunas situaciones

ser utilizados para estimar la incertidumbre de un resultado.

La estimación de la medida de la incertidumbre es una parte integral del proceso de acreditación. La norma 17025 manifiesta que la medida de la incertidumbre debe estimarse y ponerse a disposición de los clientes si estos la solicitan.

# 3.2 Procedimientos para estimar medidas de la incertidumbre

Hay muchos procedimientos disponibles para estimar la medida de la incertidumbre de un resultado; en general se recomienda procesos basados en aproximaciones componente a componente, datos de métodos de validación, datos de control interno de calidad y aprovechamiento de datos de ensayos, y en muchos casos la incertidumbre total puede ser determinada por estudios colaborativos interlaboratorios.

El proceso de determinación de la incertidumbre con aproximación componente por componente envuelve los siguientes pasos:

Especificación: escribir un informe claro de qué se mide y la relación con los parámetros de los cuales depende.

Identificación de las fuentes de incertidumbre: listar las fuentes de incertidumbre para cada parte del proceso o cada parámetro. Es la mejor forma de conocer desde el origen el proceso de medida en un diagrama causa-efecto.

Cuantificación de los componentes de la incertidumbre: estimar el tamaño de cada incertidumbre. En este punto aproxime suficientes valores, valores significativos pueden ser refinados en pasos subsecuentes.

Conversión a desviaciones estándar: expresar cada componente como una desviación estándar.

Calculo de la incertidumbre combinada: combinar los componentes de la incertidumbre usando una hoja de cálculo o un método algebraico. Identificar los componentes importantes.

Calculo de la incertidumbre expandida. Esto se logra multiplicando la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura K. El factor de cobertura es escogido después de considerar un número de resultados, como el nivel de confianza requerido y cualquier conocimiento de distribuciones precedentes. Para la mayoría de los propósitos un factor de cobertura de 2 es escogido cuando se dan niveles de confianza del 95%.

#### Reporte de la incertidumbre

La información requerida cuando se reporta finalmente el resultado de una medida depende de la intención, pero debería contener información suficiente para que los resultados puedan ser reevaluados si un nuevo dato llegara a estar disponible.

Un informe completo debería incluir una descripción de los métodos usados para el cálculo de los resultados y su incertidumbre, los valores y fuentes de todas las correcciones, constantes usadas en los cálculos de resultados y análisis de la

incertidumbre, y un listado de todos los componentes de la incertidumbre con completa documentación de cómo cada uno fue evaluado.

Los datos y análisis deben darse de manera que puedan ser fácilmente seguidos y si es necesario repetidos a menos que se requiera otra manera, los resultados deberían reportarse con la incertidumbre expandida "U".

# Capitulo IV

# métodos analíticos

# 4.1 POTENCIAL DE HIDROGENO (pH)

Foto 1. pH metro y soluciones reguladoras de valores nominales de pH 4.00. 7.00 v 10.00.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios – Laboratorio Fisicoquímico de Aguas.



# 4,1,1, MÉTODO: Electrométrico (Standard Methods) 4500 H+ B

# 4.1.2. FUNDAMENTO TEÓRICO.

El pH es una de las medidas más importantes y su determinación es la prueba más usada en química de aguas.

La mayoría de las fases del tratamiento del agua de consumo y de las aguas de desecho, por ejemplo neutralización ácido-base, precipitación, coagulación, desinfección, control de corrosión y ablandamiento de aguas, son dependientes del pH. A una temperatura dada la intensidad del carácter ácido o básico de una solución es indicada por el pH o actividad del ion hidrógeno. Sorenson define el pH como -Log[H<sup>†</sup>], es el factor "intensidad" o acidez. El agua pura está ligeramente ionizada y en equilibrio.

El producto iónico es:

$$[H^+][OH^-] = Kw = 1,01 \times 10^{-14} a25$$
°C  
 $[H^+][OH^-] = 1,005 \times 10^{-7}$ 

Donde:

[H<sup>T</sup>] = Concentración del ion hidrógeno, moles/L [OH-] = Concentración del ion hidroxilo, moles/L Kw = producto iónico del agua

El principio básico de la medida electrométrica del pH es la determinación de la actividad de los iones hidrógeno con medidas potenciométricas mediante un electrodo estándar de hidrógeno y un electrodo de referencia.

Utilizar un electrodo estándar de hidrógeno para la determinación rutinaria del pH no es práctico; en su defecto el electrodo más frecuentemente empleado es el de vidrio. La fuerza electromotriz (FEM) producida en el sistema de electrodo de vidrio varía linealmente con el pH.

En aguas naturales usualmente se encuentran valores del pH en el rango de 4 a 9 unidades y muchas altamente básicas por la presencia de bicarbonatos y carbonatos de metales alcalinos y alcalinotérreos.

Con el electrodo de vidrio, un electrodo de referencia y un compensador de temperatura se logra la medición más confiable del pH.

# 4.1.3. INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

El electrodo de vidrio es relativamente libre de interferencias por color, turbiedad, materia coloidal, oxidantes, reductores o alta salinidad, excepto por error de sodio a un pH mayor de 10. Este error se reduce al usar electrodos especiales de "bajo error de sodio". Cuando en la muestra exista presencia de una fase orgánica realizar una filtración para evitar el taponamiento de la membrana de intercambio.

La temperatura afecta la medida del pH al influir en las condiciones de los equilibrios químicos y en las propiedades mecánicas del electrodo; por tanto, debe informarse la temperatura cada vez que se mide el pH.

# 4.1.4. ALCANCE DEL MÉTODO.

Este método es aplicable a la determinación de pH en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas. Se recomienda preferiblemente realizar la lectura in situ.

#### 4.1.5. VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, los límites admisibles de pH en agua potable son de 6.5 a 9.0 unidades.

#### 4.1.6. MATERIALES Y EQUIPOS

# 4.1.6.1 Materiales

- Balones aforados de 1000 mL.
- Vasos de precipitado de 25 mL a 250 mL.
- Papel de arroz o toallas de papel absorbente.
- · Frascos plásticos para soluciones reguladoras.
- Frasco lavador.
- Barra magnética agitadora.
- Desecador

# 4.1.6.2 Equipos

- Potenciómetro con electrodo de pH (con o sin compensación de temperatura)
- Agitador magnético
- Balanza analítica
- Estufa

#### 4.1.7. REACTIVOS

- Los reactivos deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- El agua utilizada debe ser destilada y desionizada (dd).
- Tome agua dd. que tenga una conductividad menor de 2 µS/cm, hiérvala y enfríela. Adicione por cada 50 mL 1 gota (0,05mL) de solución saturada de KCl. El rango de pH de esta solución debe ser de 6,0 a 7,0 para ser utilizada en la preparación de todas las soluciones reguladoras.
- Seque el fosfato diácido de potasio (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) a 110 130°C por 2 horas, deje enfriar en el desecador.
- Las demás sales utilizadas para las soluciones reguladoras no es necesario secarlas.
- Pese la cantidad de cada una de las especies químicas dadas en la tabla 1. Transfiera cada substancia a un balón aforado de 1 litro disuelva y complete a volumen con el agua inicialmente preparada. (Los valores del pH de estas soluciones reguladoras se pueden ver en la tabla 2.).
- Almacene las soluciones reguladoras en recipientes de poliestireno y reemplácelas después de 4 semanas ya que estas soluciones pueden deteriorarse por crecimiento de moho o contaminación, especialmente las soluciones reguladoras de borato y carbonato.
- Solución de Almacenamiento para electrodos. KCI o NaCI 4M en solución reguladora de biftalato de potasio pH 4.0
- Al momento de preparar las soluciones amortiguadoras, tenga en cuenta los protocolos de Buenas Practicas de Laboratorio para la preparación de soluciones

#### .4.1.8. METODOLOGÍA

#### 4.1.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

Recolecte la muestra en recipientes de vidrio o poliestireno perfectamente limpios, enjuague el recipiente varias veces (mínimo tres veces) con la misma calidad del agua que tomará como muestra. El recipiente debe quedar totalmente lleno (sin aire ni burbujas de aire en el interior).

La muestra para análisis de pH no debe contener ningún tipo de preservante, debe mantenerse en refrigeración a 4 °C (evitando la congelación de la muestra) hasta el momento de realizar el ensayo. La determinación del pH debe realizarse preferiblemente in situ, de lo contrario se debe analizar dentro de las 24 horas siguientes al momento de la recolección de la muestra.

La muestra debe encontrarse a temperatura ambiente al momento de realizar la medición.

#### 4.1.8.2 PROCEDIMIENTO

Consulte el manual del potenciómetro y el de los electrodos antes de utilizarlos.

- 1. Encienda el aparato y permita la estabilización de la lectura.
- 2. Saque los electrodos o el electrodo, si es combinado, de la solución de almacenamiento para electrodos.
- 3. Lave los electrodos con suficiente agua dd. y séquelos cuidadosamente con un papel de arroz o una toalla de papel.
- 4. Realice la verificación y ajuste del equipo de acuerdo a las instrucciones sugeridas por el fabricante.
- 5. Realice una curva de calibración (minimo 10 datos por punto) con las soluciones reguladoras preparadas o estándares de referencia (pH 4, 7 y 10), graficando pH leído (y) vs. pH referencia (x).
- 6. Lave nuevamente los electrodos muy bien con abundante cantidad de agua d.d, séquelos con papel suave e introdúzcalos en la muestra de agua problema.
- 7. Permita que la lectura se estabilice asegurando que la membrana de intercambio esté completamente sumergida y que las condiciones de agitación sean homogéneas.
- 8. Registre el valor de pH de la muestra analizada, interpólelo en la curva de calibración realizada y regístrelo en el formato de registro de datos correspondiente.
- Saque los electrodos de la muestra de agua, lávelos con abundante agua dd. y séquelos con papel suave antes de proceder a la lectura de la siguiente muestra.
- 10. Lave cuidadosamente los electrodos al terminar las mediciones de las muestras.
- 11. Introduzca los electrodos en la solución de almacenamiento para electrodos, apague el equipo y cúbralo convenientemente para protegerlo de agentes externos mientras no esté en uso.

### 4.1.9. CONTROL DE CALIDAD

#### 4.1.9.1 Soluciones Estándares

Con cada lote de muestras deben determinarse a la par estándares primarios o secundarios de pH de 4.0 y 7.0 unidades, o en su defecto los que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.1.10. RESULTADOS

#### 4.1.10.1 CÁLCULOS

$$pH\ experimental\ corregido = pHc = \frac{pH_{\scriptscriptstyle L} - b}{m}$$

Donde:

pHL = pH leído experimentalmente

m y b = pendiente e intercepto de la gráfica, pH leído vs pH teórico de las soluciones reguladoras estándar

#### 4.1.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras y de las soluciones reguladoras deben ser neutralizados y posteriormente pueden ser eliminados por el desagüe.

#### 4.1.12 **ANEXOS**

#### 4.1.12.1 RECOMENDACIONES

Para realizar el análisis se debe contar los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

# 4.1.12.2 CALIBRACIÓN DEL ELECTRODO

Se recomienda verificar la curva de calibración con una periodicidad de 3 meses y para el mantenimiento del electrodo se deben seguir las instrucciones establecidas por el fabricante.

#### 4.1.12.3 LIMPIEZA DEL ELECTRODO

La clase de limpieza requerida por el electrodo depende del tipo de contaminante que lo haya podido afectar. Se resumen a continuación los procedimientos más comunes:

Limpieza General: el electrodo de pH se coloca en una solución 0.1M de ácido clorhídrico ó 0.1M de ácido nítrico, durante 20 minutos.

Remoción de depósitos y bacterias: el electrodo se sumerge en una solución 1:10 de blanqueador doméstico durante 10 minutos.

Limpieza de Aceite y Grasa: el electrodo se enjuaga con un detergente medio o con alcohol metílico.

Limpieza de depósitos de Proteínas: el electrodo se coloca en una solución de ácido clorhídrico 0.1M que contiene pepsina al 1% durante 5 minutos.

Luego de los procesos de limpieza el electrodo se lava con abundante agua destilada.

Tabla 8. Preparación de Soluciones Reguladoras Estandar de pH.

Solución patrón	Molalidad	pH a 25°C	Peso necesario de producto químico/1.000 mL Solución acuosa a 25°C
Patrones primarios			
Ftalato ácido de potasio Fosfato diácido de potasio 0.025+fosfato ácido	0,05	4,004	10,12 g KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> 3,387 g KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> + 3,533 g Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>
disodico	0,025	6,863	†
Fosfato diácido de potasio 0,008+fosfato ácido disódico	0,03	7,415	1,179 g KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> + 4,303 g Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>
Borato de sodio decahidratado (bórax)	0,01	9,183	3,80 g Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> . 10 H <sub>2</sub> O <sup>†</sup>
Bicarbonato de sodio 0,025+carbonato de sodio	0,025	10,014	2,092 g NaHCO <sub>3</sub> + 2,640 g Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>

<sup>\*</sup> Solubilidad aproximada.

Fuente: AWWA – APHA – Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21 Ed.

Tabla 9. Valores del pH de Soluciones Reguladoras.

Estándares Primarios							Estándares Secundarios		
Temperatura	Tartrato	Citrato	Ftalato	Fosfato	Fosfato	Bórax	Bicarbonato	Tetroxalato	Hidróxido de calcic
°C	(saturado)	(0,05M)	(0,05M)	(1:1)	(1:3,5)	(0,01 M)	Carbonato (0,025M)	(0,05M)	(saturado)
0			4,003	6,982	7,534	9,460	10,321	1,666	
5			3,998	6,949	7,501	9,392	10,248	1,668	
10			3,996	6,921	7,472	9,331	10,181	1,670	
15			3,996	6,898	7,449	9,276	10,120	1,672	
20			3,999	6,878	7,430	9,227	10,064	1,675	
25	3,557	3,776	4,004	6,863	7,415	9,183	10,014	1,679	12,454
30	3,552		4,011	6,851	7,403	9,143	9,968	1,683	
35	3,549		4,020	6,842	7,394	9,107	9,928	1,688	
37			4,024	6,839	7,392	9,093			
40	3,547		4,030	6,836	7,388	9,074	9,891	1,694	
45	3,547		4,042	6,832	7,385	9,044	9,859	1,700	
50	3,549		4,055	6,831	7,384	9,017	9,831	1,707	
55	3,554		4,070					1,715	
60	3,560		4,085					1,723	
70	3,580		4,120					1,743	
80	3,609		4,160					1,766	
90	3,650		4,190					1,792	
95	3,674		4,210					1,806	

Fuente: AWWA – APHA – Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21 Ed.

<sup>†</sup> Preparar con agua destilada dd recién hervida y enfriada (exenta de dióxido de carbono)

Tenga en cuenta la pureza de los reactivos para calcular la cantidad a pesar

#### 4.2 CONDUCTIVIDAD

Foto 2. Conductimetro y soluciones patrón de cloruro de potasio.

Fuente: Grupo Salud Ambiental, Subdirección Red Nacional de Laboratorios – Laboratorio Fisicoquímico de Aguas.



# 4.2.1, MÉTODO: Método electrométrico (Standard Methods) 2510 B

# 4.2.2. FUNDAMENTO TEÓRICO

La conductividad es una expresión numérica de la capacidad de una solución acuosa para conducir corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones, su concentración total, la movilidad, la valencia, las concentraciones relativas y la temperatura de medición.

Las soluciones de la mayoría de los ácidos inorgánicos, bases y sales son relativamente buenas conductoras. Contrariamente, las moléculas de compuestos orgánicos que no se disocian en solución acuosa conducen muy poco la corriente eléctrica.

La medida física realizada en el laboratorio en la determinación de conductividad corresponde a la conductancia G (S), definida como el recíproco de la resistencia R (ohm). La conductancia de una solución se mide entre dos electrodos químicamente inertes y espacialmente fijados. G es directamente proporcional al área de superficie del electrodo A en cm², e inversamente proporcional a la distancia entre los electrodos L, en cm. La constante de proporcionalidad k tal que:

$$G = k(A/L)$$

que se denomina conductividad, es una propiedad característica de la solución que se encuentra entre los electrodos. Las unidades de k son 1/ohm-cm o mho por cm. En el Sistema Internacional de Unidades el recíproco del ohm es el siemens y la conductividad se expresa como microsiemens por cm (µS/cm).

El patrón de referencia para la determinación de la conductividad en agua es KCI, en la práctica se utilizan soluciones estándar de concentración conocida para la determinación de las constantes de celda de los equipos de uso común en el laboratorio. A continuación, se muestran las conductividades estándar a 25°C de soluciones de KCI de diferentes molaridades, que resultan útiles en la determinación de los parámetros de trabajo del ensayo.

Tabla 10. Equivalencia de conductividad vs. Concentración de KCI [M] a 25°C

Concentracion de KCI (M)	Conductividad (µS/cm)
0.0001	14.9
0.0005	73.9
0.001	146.9
0.005	715.5
0.01	1412
0.02	2765
0.05	6667
0.1	12890
0.2	24800
0.5	58670
1	111900

Fuente: AWWA – APHA – Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21 Ed.

#### 4.2.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

No se conocen interferencias químicas. Sin embargo, algunas muestras de agua que presentan capas superficiales de grasa dan lecturas erróneas, pues dicha capa de grasa recubre los electrodos de la celda y la lectura se ve afectada. De igual manera, la temperatura de la muestra al realizar la determinación es de vital importancia, pues a bajas temperaturas se afecta en gran manera la movilidad iónica y se generan lecturas menores que las que se obtienen a condiciones estándar.

Como la conductividad depende directamente de la temperatura, es recomendable mantener la temperatura de las muestras, en lo posible a 25°C o trabajar en un rango cercano utilizando la función de compensación de temperatura que usualmente traen los conductimetros del laboratorio.

# 4.2.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de conductividad en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas. Se recomienda preferiblemente realizar la lectura in situ.

#### 4.2.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo aceptable para la conductividad puede ser hasta 1000  $\mu$ S/cm. Este valor podrá ajustarse según los promedios habituales y el mapa de riesgo de la zona.

#### 4.2.6 MATERIALES Y EQUIPOS

#### 4.2.6.1 Materiales

- Balones aforados de 100mL a 1000 mL.
- Vasos de precipitado de 25 mL a 250 mL.
- Pipetas aforadas

# 4.2.6.2 Equipos

- Conductímetro
- Balanza analítica
- Termómetro
- Baño termostatado

#### 4.2.7 REACTIVOS

- Los reactivos deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- Debe usar estrictamente agua destilada y desionizada (d.d.) de una conductividad menor de 5 µS/cm.
- Solución estándar de cloruro de potasio (KCI) 0.0100M: Disuelva 0,7456 g de KCI anhidro (previamente secado en estufa a 110°C por una hora) en agua dd y complete a volumen en un matraz aforado de un litro. Este es el estándar de referencia el cual tiene una conductividad de 1.413 μS/cm a 25°C.
- Solución estándar de cloruro de potasio 0,0001M: Tome 10mL de solución estándar de cloruro de potasio 0,0100M, con una pipeta aforada, y adiciónelos en un matraz aforado de un litro y complete a volumen con agua dd. Este estándar tiene una conductividad de 14,9 µS/cm a 25°C.
- Tenga en cuenta la pureza de los reactivos para el cálculo de las cantidades a pesar.

# 4.2.8 METODOLOGÍA

# 4,2,8,1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

El recipiente en que se recolecta la muestra debe quedar totalmente lleno (sin cámara de aire), pues el CO<sub>2</sub> del aire al disolverse cambia la conductividad de la muestra. Si es necesario, almacene la muestra refrigerada a 4°C evitando su congelación. El tiempo máximo para su análisis es de 20 días (teniendo en cuenta una correcta preservación de la muestra).

#### 4.2.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. Lave la celda conductimétrica con abundante agua d.d. y séquela cuidadosamente con una toalla de papel, evitando tocarla directamente con los dedos.
- 2. Permita que las muestras alcancen temperatura ambiente.
- 3. Ajuste la temperatura de las soluciones a 25°C, o trabaje en un rango cercano utilizando la función de compensación de temperatura del conductimetro (ver manual del equipo utilizado).
- 4. Ajuste el equipo, empleando una solución estándar de KCl de conductividad conocida y siguiendo las instrucciones establecidas por el fabricante.
- 5. Se sugiere evaluar la linealidad del equipo previo a las determinaciones de las muestras. Para esto, determine la curva de calibración empleando las soluciones de la tabla 3.
- 6. Lave la celda conductimétrica con abundante agua d.d. y séquela cuidadosamente con una toalla de papel, evitando tocarla directamente con

los dedos.

- 7. Tome en un recipiente una cantidad de muestra suficiente para introducir la celda conductimetrica.
- 8. Sumerja la celda conductivimétrica en la muestra cuidando que no queden burbujas dentro de ésta, realice este paso por lo menos 3 veces.
- 9. Haga la lectura de conductividad en la escala adecuada.
- 10. Lave la celda conductivimétrica con abundante agua d.d. y séquela cuidadosamente con una toalla de papel, evitando tocarla directamente con los dedos cuando vaya a introducir una nueva muestra, esto con el fin de evitar contaminación cruzada.
- 11. Apague el equipo y mantenga la celda de conductividad seca y limpia.

#### 4.2.9 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios o secundarios de conductividad de 73.9 y 146.9  $\mu$ S/cm o en su defecto los que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

# 4,2,10 RESULTADOS.

# 4.2.10.1 CÁLCULOS

Conductividad experimental corregida en (SI cm) = 
$$Kc = \frac{K_L - b}{m}$$

#### Donde:

K<sub>1</sub> = conductividad leída experimentalmente

m y b = pendiente e intercepto de la gráfica, conductividad leída (y) vs conductividad teórica (x) de las soluciones estándar de KCI empleadas en la curva de calibración.

#### 4.2.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras y de las soluciones reguladoras deben ser neutralizados y posteriormente pueden ser eliminados por el desagüe.

#### **4.2.12 ANEXOS**

#### 4.2.12.1 RECOMENDACIONES

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

- Siga cuidadosamente las instrucciones de calibración y mantenimiento dadas en el manual del equipo disponible en el laboratorio.
- Es necesario tener en cuenta que al trabajar en la función de compensación de temperatura, las muestras deben encontrarse a una temperatura cercana a los 25°C, dado que a temperaturas mucho mas altas o bajas el

error en la lectura es mayor.

- Tenga la precaución de verificar la unidad de lectura al realizar los análisis, pues es normal que los equipos ajusten automáticamente la unidad para permitir la lectura.
- La celda conductimétrica debe permanecer seca y limpia mientras no esté en uso.

#### 4.3 TURBIEDAD

Foto 3. Turbidimetro y soluciones patrón de formacina.

Fuente: Grupo Salud Ambiental – Subdirección Red Nacional de Laboratorios – Laboratorio Fisicoquímico de Aguas.



# 4.3.1 MÉTODO: Turbidimétrico (Standard Methods) 2130 B

# 4.3.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.

La transparencia del agua es un factor importante en muchos procesos de producción y manufactura de productos de consumo humano. La turbiedad en el agua es causada por la materia suspendida como arcilla, materia orgánica e inorgánica finamente dividida, sedimentos arrastrados por el agua, plancton y microorganismos. La turbiedad es la expresión de la propiedad óptica de una solución que causa que los rayos de luz sean dispersados y absorbidos en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de la muestra. La correlación de la turbiedad con el peso de materia suspendida es difícil debido a que el tamaño, la forma y el índice de refracción de las partículas afectan las propiedades de la luz dispersada. Las partículas ópticamente negras (opacas) pueden absorber la luz e incrementar las medidas de turbiedad.

El método estándar para la turbiedad históricamente era el turbidimétrico de Jackson, sin embargo, en la actualidad se ha impuesto el nefelométrico especialmente para valores bajos por su sensibilidad, amplitud, precisión y la independencia del operador. Los turbidímetros con los rayos de luz dispersa localizados en un ángulo de 90° con relación al haz de luz incidente se denominan nefelómetros.

La causa más importante de las discrepancias en el análisis de la turbiedad es el uso de las diferentes materias en partículas para las suspensiones de calibración del instrumento debido a sus propiedades ópticas.

El método nefelométrico se basa en la comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra, bajo condiciones definidas, con la intensidad de la luz dispersada por una suspensión estándar de referencia (formazina) bajo las mismas condiciones. A mayor intensidad de la luz dispersada, hay mayor turbiedad de la muestra. La suspensión del polímero de formazina se utiliza como estándar de referencia para la turbiedad, ya que sus propiedades ópticas son reproducibles. La unidad con la que se reporta este análisis es en Unidades Nefelometricas de Turbiedad (NTU).

# 4.3.3. INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

La presencia de burbujas de aire en el proceso de homogenización de la muestra genera lecturas de turbiedad falsa. Las sustancias coloreadas en disolución que absorben luz causan lecturas de turbiedad bajas.

### 4.3.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de turbiedad en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.

#### 4.3.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para Turbiedad en aguas potables es de 2 UNT.

#### 4.3.6 MATERIALES Y EQUIPOS

#### 4.3.6.1 Materiales

Balones aforados de 100 mL a 2000 mL

- Pipetas aforadas de 5 mL a 25 mL
- · Celdas de lectura para el turbidímetro
- Frasco lavador
- · Toallas de papel
- Pipeteadores
- Vasos de precipitado
- Pesa sustancias

# 4.3.6.2 Equipos

- Balanza analítica
- Turbidímetro

#### 4.3.7 REACTIVOS

- Los reactivos deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- Agua libre de turbiedad. Este tipo de agua se obtiene al pasar agua destilada y desionizada (dd) a través de una membrana con poros de 0,2 micras. Enjuague mínimo dos veces el recipiente de recolección con agua filtrada y descarte los primeros 200 mL de filtrado.
- Suspensión patrón para turbiedad:

Prepare la suspensión de Formacina correspondiente a 4000 NTU como sigue: Solución I. Disolver 1,000 g de sulfato de hidrazina  $(NH_2)_2SO_4$  en agua dd y lleve a un volumen de 100 mL en un balón aforado (precaución: el sulfato de hidrazina es carcinogénico y debe evitarse la inhalación, ingestión y contacto con la piel). Solución II. Disolver 10,00 g de hexametilentetramina en agua dd y lleve a 100 mL en un balón aforado.

En un tercer balón mezcle volúmenes iguales de la solución I y de la solución II, y almacene esta mezcla por 24 horas a una temperatura de 25°C en un lugar oscuro. La suspensión se desarrollará durante este tiempo. Esta suspensión patrón es estable durante un año si se almacena en un lugar oscuro y frío.

- Suspensiones estándar de turbiedad diluidas: diluya con agua libre de turbiedad porciones de la suspensión estándar a la turbiedad que se requiera. Estas diluciones deben ser preparadas diariamente.
- Es recomendable trabajar con patrones primarios, sin embargo, existen estándares secundarios en gel con los cuales se pueden realizar las actividades de verificación del equipo. En este punto es muy importante seguir las instrucciones del fabricante para las operaciones de verificación y calibración.

# 4.3.8. METODOLOGÍA

# 4.3.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

La determinación de turbiedad en una muestra de agua debe llevarse a cabo el mismo día de la recolección. Si es inevitable el almacenamiento de esta, se debe almacenar en lugar oscuro a 4°C evitando la congelación de la muestra, máximo por 48 horas, para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos.

#### 4.3.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. Prepare a partir de la solución estándar de 4000 NTU la curva de calibración de turbiedad de acuerdo a las especificaciones establecidas por el fabricante en el manual del equipo.
- 2. Homogenice completamente la muestra de agua.
- 3. Transfiera la muestra a la celda de lectura y espere el tiempo establecido previamente (validación) para la eliminación de las burbujas que pueden afectar la lectura.
- 4. Coja la celda por la parte superior, seque y limpie perfectamente la parte externa con un papel muy suave para no dejar manchas o huellas en el sitio de paso de la luz.
- 5. Coloque adecuadamente la celda en el equipo y lea directamente en la escala apropiada.
- 6. Si la lectura sobrepasa el rango de escala máxima, diluya adecuadamente una alícuota de la muestra, con agua libre de turbiedad.

#### 4.3.9 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios o secundarios de turbiedad que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.3.10 RESULTADOS

# 4.3.10.1 CÁLCULOS

La turbiedad de las muestras analizadas se calcula por interpolación en la curva de calibración correspondiente. Sin embargo, para asegurar la confiabilidad del resultado es posible trabajar varias curvas de calibración que son determinadas por las escalas del equipo. Por ejemplo, una curva para el trabajo en el intervalo de 0,00 a 20,0 NTU; una segunda curva para el trabajo con muestras que presentan turbiedades entre 20,1 a 200 NTU y una tercera curva de calibración para las muestras con turbiedades en el intervalo entre 201 a 1000 NTU. En consecuencia, la interpolación en la curva correspondiente se realiza de la siguiente manera:

$$Turbiedad (NTU) = \frac{Turbiedad Leida - b}{m}$$

Donde:

Turbiedad Leida = lectura del equipo para la muestra NTU b = intercepto de la curva de calibración correspondiente m = pendiente de la curva de calibración

#### 4.3.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de formazina deben ser almacenados en un contenedor apropiado, de acuerdo con lo establecido en los protocolos de bioseguridad y manejo de desechos del laboratorio. Las muestras analizadas se neutralizan y se desechan por el vertedero.

#### **4.3.12 ANEXOS**

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y quantes).

#### 4.3.12.1 RECOMENDACIONES

- Calibre con los estándares de formacina otros equipos distintos (por ejemplo el espectrofotómetro), cuando no se disponga del turbidímetro.
- Los estándares secundarios llamados también estándares estables cambian con el tiempo y es necesario reemplazarlos cuando exceden el tiempo de vida media. Sin embargo, en algunos casos estos patrones pueden ser recalibrados al determinar su concentración a partir de la curva de calibración preparada a partir de la formacina.

#### 4.4 CLORO RESIDUAL

Foto 4: Montaje para la determinación volumétrica de cloro libre: bureta digital, plancha de agitación y erlenmeyers.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoquímico de Aguas



**4.4.1 MÉTODO:** Titulación volumétrica con FAS-DPD (Standard Methods) 4500CLF

# 4.4.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.

La cloración del agua tiene como beneficio la gran mejoría de su calidad al destruir organismos patógenos, reaccionar con amoniaco, hierro, manganeso, sulfuros y algunas substancias orgánicas. No obstante, también puede producir efectos adversos tales como intensificación del sabor y el olor característicos de fenoles y otros compuestos orgánicos. Además, puede formar compuestos organoclorados potencialmente cancerígenos como cloroformo, el cloro libre reacciona con el amoniaco y varios compuestos nitrogenados que puedan estar presentes en el agua para formar el cloro combinado, con el amoniaco se forman las cloraminas, tricloruro de nitrógeno, etc., que producen efectos adversos en la vida acuática.

El cloro aplicado al agua en forma molecular (Cl<sub>2</sub>) o de hipoclorito (ClO) inicialmente se hidroliza a la forma de cloro libre, o sea, cloro molecular acuoso, ion hipoclorito y ácido hipocloroso, cuyas proporciones relativas dependen del pH y la temperatura. La presencia y la concentración de las formas combinadas de cloro dependen principalmente del pH, la temperatura, la relación inicial cloro-nitrógeno, la demanda absoluta de cloro y el tiempo de reacción. Tanto el cloro libre como el combinado pueden estar presentes simultáneamente en una muestra.

Cuando no se requiere diferenciar las especies de cloro presentes en la muestra, el procedimiento puede ser simplificado para obtener resultados de cloro libre, combinado y cloro residual total.

La N,N-Dietil-p-fenilendiamina (DPD) se usa como indicador en el procedimiento de titulación con sulfato ferroso amónico (FAS). En ausencia del ion yoduro, el cloro libre reacciona instantáneamente con el indicador DPD y produce un color rosado. Si posteriormente se adiciona una pequeña cantidad de ion yoduro, este actúa catalíticamente permitiendo la reacción del indicador DPD con las monocloraminas

y produce el color mencionado. Al adicionar un exceso de ion yoduro, reaccionan tanto las dicloraminas como las demás especies de cloro residual presentes en la muestra.

El pH es una variable crítica en la reacción. A pH bajos, las cloraminas tienden a reaccionar como cloro libre y las dicloraminas como monocloraminas; a pH altos hay disolución de oxígeno y se genera un color que no es debido al cloro residual.

Por esta razón, es necesario ajustar el pH de la muestra de 6,2 a 6,5 y el color rosado que se genera en cada paso debe titularse inmediatamente para obtener resultados exactos.

# INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

El manganeso es probablemente la substancia que interfiere en forma más significativa entre las encontradas en las aguas. Para corregir esta interferencia debe colocar 5 mL de la solución reguladora de fosfatos, 0,5 mL de solución de arsénito de sodio (5 g de NaAsO<sub>2</sub> en 1 litro de agua dd) o 0,5 mL de solución de tioacetamida de 0,25% (p/v) y 100 mL de la muestra de agua. Homogenice y adicione 5 mL de solución indicadora DPD. Mezcle nuevamente y titule con solución estándar de FAS hasta que quede incolora. El volumen de FAS gastado es proporcional al manganeso presente en la muestra; por tanto, debe restar este valor al volumen cuantificado en la titulación de cloro libre para lograr la exactitud en su determinación.

Las muestras que presentan concentraciones superiores a aproximadamente 50 mg/L de cloro pueden presentar falsos negativos al momento de desarrollar el color. Las temperaturas altas producen disminución del color.

Las concentraciones de cobre mayores de 10 mg/L interfieren, pero ese efecto se contrarresta con el EDTA adicionado a los reactivos.

Las concentraciones de cromatos mayores de 2 mg/L interfieren con la determinación del punto final. Es necesario adicionar cristales de cloruro de bario (BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O) para corregir esta interferencia.

Las concentraciones de cloro combinado (monocloraminas, NCl<sub>3</sub>, etc.) mayores de 0,5 mg/L interfieren en la determinación de cloro libre. Esta interferencia se ve fuertemente incrementada por la presencia de trazas de ion yoduro.

Los contaminantes orgánicos pueden producir resultados falsos de cloro libre especialmente en los métodos colorimétricos.

Muchos agentes oxidantes fuertes ( $Br_2$ ,  $CIO_2$ , I2,  $MnO_{4-}$ ,  $H_2O_2$ ,  $O_3$ , etc.) interfieren en la medida de cloro libre, pero sus formas reducidas ( $Br^-$ ,  $CIO_{2-}$ , I-,  $Mn^{2+}$ ,  $H_2O$ ,  $O_2$ , etc.) o los agentes reductores ( $Fe^{2+}$ ,  $H_2S$ , materia orgánica oxidable) no interfieren.

# 4.4.4 ALCANCE DEL METODO

Este método es aplicable a la determinación de cloro residual libre en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.

#### 4.4.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor admisible para cloro residual libre en aguas potables debe estar entre 0,3 y 2,0 mg Cl<sub>2</sub>/L.

#### 4.4.6 MATERIALES Y EQUIPOS

#### 4.4.6.1 Materiales

Bureta.

Erlenmever de 250 ml

Pipetas de 5 mL

Probeta de 100 mL

Balones aforados de 100 a 1.000 mL

Vasos de precipitado

Agitador magnético

# 4.4.6.2 Equipos.

Balanza analítica Plancha de agitación

#### 4.4.7 REACTIVOS

- Los reactivos deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- Agua destilada y/o desionizada (dd).
- Solución reguladora de fosfatos. Disuelva en 400 mL de agua dd 24 g de fosfato ácido de sodio anhidro (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) y 46 g de fosfato diácido de potasio anhidro (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>). Adicione 0,800 g de sal disódica del ácido etilendiamino tetraacético dihidratado (EDTA) disueltos en 100 mL de agua d.d. Complete a volumen con agua d.d. en un balón aforado de un litro, y adicione 0,020 g de cloruro mercúrico (HgCl<sub>2</sub>) para inhibir el crecimiento de moho y eliminar la interferencia en la determinación de cloro libre causada por trazas de ion yoduro en los reactivos.
- Solución indicadora de N,N-dietil-p-fenilendiamina (DPD). Disuelva 0,200 g de EDTA disódico en aproximadamente 100 mL de agua d.d. libre de cloro. Adicione 8 mL de solución de ácido sulfúrico 1+3; adicione y disuelva 1 g de oxalato de DPD o 1,5 g de sulfato de DPD pentahidratado o 1,1 g de sulfato de DPD anhidro y complete a volumen con agua d.d. libre de cloro en un balón aforado de un litro. Almacene en la oscuridad en recipiente color ámbar a una temperatura de 4°C evitando su congelación. Descártela cuando presente color. La solución debe ser controlada periódicamente con un blanco, midiendo la absorbancia a 515 nm. y si esta excede las 0,002 unidades de absorbancia debe ser descartada.
- Solución estándar de sulfato ferroso amónico (FAS). Agregue a 500 mL de agua d.d. recientemente hervida y fría, 1 mL de solución de ácido sulfúrico 1+3. Adicione 1,106 g de sulfato ferroso amónico hexahidratado (FAS). Mezcle y disuelva. Complete a volumen de un litro en un balón aforado con la misma calidad de agua. Esta solución debe ser valorada semanalmente con estándar de dicromato de potasio 0,0025N procediendo de la siguiente manera: disuelva 10,0 mL de solución estándar de dicromato de potasio en aproximadamente 100 mL de agua, adicione aproximadamente 30 mL de

acido sulfúrico concentrado y enfríe. Titule esta solución contra el estándar de FAS utilizando 3 gotas de indicador ferroina.

La concentración de la solución estándar de FAS se calcula como sigue a continuación:

$$Titulo\ del\ FAS\ (mg\ c12/mL) = \frac{0,025}{Volumen\ de\ FAS\ gastado\ en\ la\ titulación}\ \ X\ \frac{0,10mg\ C12/mL}{0,0028}$$

- Solución de dicromato de potasio 0,0025N. Pese 0,1226 g de dicromato de potasio anhidro (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) de calidad estándar primario previamente seco a 103°C por dos horas. Disuelva y lleve a un litro con agua d.d.
- Solución indicadora de ferroina. Disuelva 1, 485 g de 1,10-fenantrolina monohidrato y 0,695 g de sulfato ferroso heptahidratado en agua y lleve a 100 mL. Esta solución puede ser adquirida comercialmente.

# 4.4.8 METODOLOGÍA

# 4.4.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

El cloro en soluciones acuosas es muy inestable y la concentración de cloro en las muestras o soluciones, especialmente en soluciones muy diluidas, disminuye rápidamente si es sometida a agitación o a la luz. Por esto, debe asegurarse de que el recipiente en el cual se toma la muestra no presente cámara de aire para evitar la perdida del analito. La muestra debe transportarse refrigerada a 4°C evitando su congelación y debe analizarse inmediatamente llega esta al laboratorio. No se deben almacenar muestras para la determinación posterior de cloro.

# 4.4.8.2 PROCEDIMIENTO

- En un erlenmeyer de 250 mL coloque y mezcle 5 mL de solución reguladora de fosfatos, 5 mL de solución indicadora DPD y 100 ml de muestra de agua, medida en probeta. Hay que tener la precaucion de adicionar los reactivos en estricto orden, pues la formación del complejo coloreado depende del mismo: 1. Buffer de fosfatos, 2. Solucion indicadora DPD y por último la muestra.
- 2. Si no hay aparición de color, el cloro residual libre es igual a cero (0). En caso contrario, continúe con el paso siguiente. Sin embargo, tenga en cuenta las recomendaciones hechas para las muestras que presenten concentraciones altas de cloro.
- 3. Empleando una bureta, titule con la solución estándar de sulfato ferroso amónico (FAS), la muestra rosada, gota a gota, agitando suave y constantemente el erlenmeyer hasta que desaparezca completamente el color. Anote el volumen de FAS gastado.

#### 4.4.9 CONTROL DE CALIDAD.

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios o secundarios de cloro residual de 0.5 y 1.0 mg/L o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las

muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

Adicionalmente, es preciso señalar que dichos estándares de cloro pueden prepararse a partir de las soluciones de hipoclorito de sodio que se obtienen comercialmente. Para esto tome 1 mL de la solución comercial de hipoclorito de sodio (Clorox, Blancox, Limpido) y llévelo a 1000 mL en un balón aforado. De esta solución tome 10 mL y llévelos a 250 mL en un balón aforado; esta solución contiene aproximadamente 1 mg Cl<sub>2</sub>/L. Finalmente tome 50 mL de la solución anterior y llévelos a 100 mL en un balón aforado; esta solución es de aproximadamente 0,5 mg Cl<sub>2</sub>/L.

Para conocer las concentraciones exactas de los patrones preparados es necesario valorar inicialmente la solución de hipoclorito de sodio comercial. Esta valoración se hace con el sulfato ferroso amónico con el cual se titulan las muestras.

#### 4.4.10 RESULTADOS

#### 4.4.10.1 CALCULOS

Aplique la siguiente relación para el cálculo de cloro residual:

$$[mg\ Cl_2/L] = \frac{A \times B \times 1000}{M}$$

Donde:

A = volumen de FAS gastado en la titulación (mL)

B = título de FAS

1.000 = factor de conversión (mL/L)

M = volumen de muestra titulada (mL)

## 4.4.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos generados recoléctelos en un contenedor plástico rotulado como "RESIDUOS DE MERCURIO", almacénelos y dispóngalos de acuerdo a lo establecido en los protocolos de bioseguridad de su Laboratorio.

# **4.4.12 ANEXOS**

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

#### 4.4.12.1 RECOMENDACIONES

Corrija la posible interferencia por manganeso si conoce o presume la presencia de éste.

#### 4.5 ACIDEZ

Foto 5: Montaje para la determinación volumétrica de acidez: bureta digital, plancha de agitación y erlenmeyers.

Fuente: Grupo Salud Ambiental, Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoquímico de Aguas.



4.5.1 MÉTODO: Titulación por volumetría (Standard Methods) 2310 B

# 4.5.2 FUNDAMENTO TEÓRICO

La acidez de un agua es su capacidad para reaccionar con una base fuerte hasta un pH determinado. El valor medido depende significativamente del pH seleccionado como punto final de la determinación. La acidez es un agregado de propiedades del agua y sólo puede ser interpretada en términos de sustancias específicas cuando la composición química de la muestra es conocida. Ácidos fuertes (minerales), ácidos débiles como el carbónico y acético, sales hidrolizables como el sulfato férrico y el de aluminio pueden contribuir a la acidez según sea el método empleado para la determinación.

Los iones hidronio presentes en una muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de solutos en solución reaccionan con una base fuerte adicionada. Por tanto, el valor de la acidez depende tanto del pH determinado como del indicador usado.

Registrar el pH de la muestra después de adiciones sucesivas de pequeñas cantidades del titulante, permite la construcción de la curva de titulación para identificar el punto de inflexión, la capacidad reguladora de la muestra y determinar la acidez con respecto a cualquier pH de interés. En soluciones reguladoras o mezclas complejas, la identificación exacta del punto final puede ser difícil. En tal caso se toma como punto final de la titulación un pH arbitrario seleccionado con base en las consideraciones prácticas. Para titulaciones rutinarias o para estimaciones preliminares rápidas de acidez el cambio de color de un indicador puede ser usado como punto final.

En una muestra que contenga únicamente dióxido de carbono, bicarbonatos y carbonatos, la titulación hasta pH 8,3 a 25°C corresponde a la neutralización estequiométrica del ácido carbónico a bicarbonato. Por esta razón, el cambio de color del indicador fenolftaleina que se da a pH de 8,3, es generalmente aceptado como un punto final estándar.

Para las titulaciones de acidez total incluyendo dióxido de carbono y ácidos más débiles, el indicador azul de metacresol también da un cambio de color muy bien definido a un pH de 8,3.

Para mezclas más complejas o soluciones reguladoras, la elección de un punto de inflexión puede ser subjetivo. Por tanto, se usan puntos finales fijos a pH de 3,7 y de 8,3 en las determinaciones de acidez.

# 4.5.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

Los gases disueltos, como el dióxido de carbono, el sulfuro de hidrógeno y el amoníaco, contribuyen a la acidez y/o la alcalinidad. Estas pueden perderse o ganarse durante la recolección de la muestra, el almacenaje o la titulación. Para minimizar tal efecto titule la muestra tan pronto como sea abierto el recipiente que la contenga, evite la agitación o mezcla fuerte y, en lo posible, proteja la muestra de la atmósfera durante la titulación; evite que la muestra se caliente cuando sea recolectada.

Muestras que contengan iones oxidables o hidrolizables, como por ejemplo ferroso, férrico, aluminio y manganeso, deben ser tratadas con peróxido de hidrógeno para asegurar la oxidación de cualquier forma reducida de los cationes polivalentes y llevadas a ebullición para eliminar la hidrólisis. La velocidad de la reacción a temperatura ambiente puede ser muy lenta y causar difusión del punto final.

Cuando la muestra es coloreada o turbia no es aconsejable utilizar indicadores para la titulación porque puede opacar el cambio de color en el punto final, en este caso se hace necesario el uso de un potenciómetro para realizar la titulación y asegurar que el pH en el punto final sea 8,3. Tenga en cuenta lo expuesto en la metodología de pH para el aseguramiento de la calidad de los resultados.

El cloro libre residual disponible en la muestra puede blanquear el indicador. Para eliminar esta interferencia se adiciona una gota de tiosulfato de sodio  $(Na_2S_2O_3)$  0.1M.

# 4.5.4 ALCANCE DEL MÉTODO.

Este método es aplicable a la determinación de la acidez en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.

#### 4.5.5 VALORES DE REFERENCIA

La Resolución 2115 de 22 junio de 2007 no estipula un valor máximo admisible para acidez en aguas potables.

#### 4.5.6 MATERIALES Y REACTIVOS.

#### 4.5.6.1 Materiales.

Balones aforados de 100 a 1.000 mL Vasos de precipitado Bureta Erlenmeyers de 250 ml Probeta de 100 mL Pipetas aforadas y graduadas de 1 a 5 mL Desecador Agitador magnético

# 4.5.6.2 **Equipos**

Balanza analítica Estufa Plancha de Agitación

# 4.5.7 REACTIVOS

Los reactivos deben ser de grado analítico con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.

Agua destilada desionizada libre de dióxido de carbono. Hierva durante 15 minutos agua d.d, tápela y déjela enfriar a temperatura ambiente. El pH final del agua debe ser mayor o igual a 6,0 y su conductividad menor de 2,0

\*S/cm. Todas las soluciones estándar y las diluciones deben prepararse con esta calidad de agua.

Biftalato de potasio aproximadamente 0,05N. Macere 15 a 20 g de biftalato de potasio de calidad estándar primario hasta malla 100; seque a 120°C durante dos horas y enfríe en desecador. Pese 10,0 ± 0,5 g, registre el peso exacto, disuélvalo y transfiera a un balón aforado de un litro y complete a volumen con agua d.d. libre de dióxido de carbono.

Solución estándar de hidróxido de sodio 0,1N. Disuelva 4,0 g de NaOH en agua dd libre de dióxido de carbono; transfiera cuantitativamente a un balón aforado de un litro y complete a volumen con agua d.d. libre de dióxido de carbono. Almacene en un recipiente de poliestireno perfectamente tapado. Valore por titulación; para ello emplee 40 ml de solución de biftalato de potasio hasta un pH de 8,7 y utilice el indicador fenolftaleina hasta que permanezca por lo menos 30 segundos el color rosado.

Calcule la normalidad de la solución de hidróxido de sodio así:

$$Normalidad = \frac{A \times B}{204.5 \times C}$$

Donde:

A= gramos de biftalato de potasio pesados para preparar 1 L de solución (g/L) B= mL de solución de biftalato de potasio titulados C= mL de solución de hidróxido de sodio gastados en la titulación 204,2 = gramos de biftalato/equivalente

Use la normalidad hallada para futuros cálculos o ajuste para que la concentración sea  $0,1000\,\mathrm{N}$ ; donde  $1\,\mathrm{mL}=5\,\mathrm{mg/L}\,\mathrm{de}\,\mathrm{CaCO}_3$ 

Solución estándar de hidróxido de sodio 0,02N. En balón aforado de un litro, diluya 200 mL de solución estándar de hidróxido de sodio 0,1N con agua d.d. libre de dióxido de carbono. Almacene y valore de la misma forma descrita anteriormente pero utilizando 10 mL de solución de biftalato de potasio.

Cuando la concentración de esta solución es 0,0200N, 1 mL = 1 mg/L de CaCO<sub>3</sub>

- Solución de indicador púrpura de metacresol (viraje a pH 8,3). Disuelva 0,100 g de púrpura de metacresol en 100 mL de agua dd libre de CO<sub>2</sub>.
- Solución alcohólica de indicador fenolftaleina (viraje a pH 8,3). En un balón de 100 mL, coloque 50 ml de alcohol etílico o alcohol isopropílico. Adicione 0,500 g de fenolftaleina, disuelva y complete a volumen con agua d.d. libre de CO<sub>2</sub>.
- Solución de tiosulfato de sodio 0,1M. Pese 25 g de tiosulfato de sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O) y disuélvalos en aproximadamente 500 mL de agua. Transfiera cuantitativamente esta solución a un balón aforado de un litro y complete a volumen con agua dd libre de Co<sub>2</sub>.

#### 4.5.8 PROCEDIMIENTO

# 4.5.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

Recolecte la muestra en recipientes de poliestireno o vidrio borosilicato y almacene a 4°C evitando su congelación durante máximo 24 horas. La muestra puede almacenarse en refrigeración a 4°C evitando su congelación durante un periodo no mayor a 14 días. El recipiente debe quedar totalmente lleno (sin aire, ni burbujas de aire en el interior). No agite la muestra para evitar la ganancia o la pérdida de gases disueltos.

#### 4.5.8.2 METODOLOGÍA

- 1) Mida 100 mL de muestra en una probeta. Transfiérala a un erlenmeyer de 250 mL. Si el agua es tratada con cloro, agregue 0,05 mL (una gota) de solución de tiosulfato de sodio 0,1M, agite suavemente; adicione 0,2 ml (4 gotas) de solución de indicador mixto y agite suavemente. Si el color es azul, la acidez mineral es cero (0), si el color es rosa champaña continúe con el siguiente paso.
- 2) Usando una bureta, dispense gota a gota la solución de hidróxido de sodio 0,02N sobre la muestra coloreada; y agite suavemente hasta que cambie de color rosa champaña a color azul. Anote el volumen de solución de hidróxido de sodio gastado.
- 3) Mida 100 mL de la muestra en una probeta y repita el primer paso utilizando el indicador fenolftaleína. Si el color desarrollado es rosado la acidez a la fenolftaleína es cero (0); si la sustancia es incolora, repita el segundo paso hasta que desarrolle el color rosado y permanezca por 30 segundos. Anote el volumen de hidróxido de sodio gastado. Si el volumen de la titulación es muy alto, tome un volumen de muestra menor para realizar la titulación.

Nota: si se sospecha de concentraciones altas de Hierro, Aluminio, Manganeso en solución, a 100 mL de muestra adicione acido sulfúrico 0,02 N hasta pH<4 y registre el volumen de acido utilizado. Posteriormente, adicione 5 gotas de peróxido de hidrógeno al 30% y caliente a ebullición entre 2 y 5 minutos. Deje que la muestra alcance temperatura ambiente y continue el procedimiento del paso 3.

#### 4.5.9 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios (biftalato de potasio) equivalentes a  $5.0~\rm y~20.0~\rm mg/L$  de  $\rm CaCO_3~\rm o~las$  concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

### 4.5.10 RESULTADOS

#### 4.5.10.1CALCULOS

Para calcular la acidez, utilice la siguiente relación:

$$Acidez (mg/L de CaCO_3) = \frac{[(A \times B) - (C \times D)] \times 50000}{Vm}$$

Donde:

A= mililitros de solución estándar de hidróxido gastados

B= normalidad de la solución estándar de hidróxido de sodio

C= mililitros de acido sulfúrico utilizados en el procedimiento opcional

D= normalidad de la solución de acido sulfúrico utilizada

Vm= volumen de muestra titulada (mL)

50.000= peso equivalente del CaCO3 mg/eq-g)

\* Cuando no se hace tratamiento con peróxido, el factor (C X D) se omite de la ecuación.

#### 4.5.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras y de las soluciones utilizadas deben ser neutralizados y posteriormente pueden ser eliminados por el desagüe.

#### **4.5.12 ANEXOS**

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

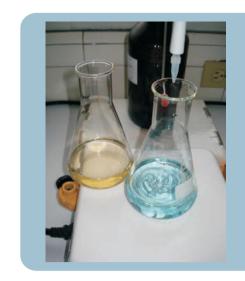
#### 4.5.12.1 RECOMENDACIONES

Titule la muestra sobre una superficie blanca para observar con nitidez el cambio de color de los indicadores.

#### 4.6 ALCALINIDAD

Foto 6. Cambio de viraje de color del indicador mixto utilizado en la determinación de alcalinidad total.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - ,Laboratorio Fisicoguímico de Aguas.



4.6.1 MÉTODO: Titulación por técnica volumétrica (Standard Methods) 2320 B

# 4.6.2 FUNDAMENTO TEÓRICO

La alcalinidad de un agua es su capacidad para neutralizar ácidos. Esta es la suma de todas la bases titulables. El valor de la medida puede variar significativamente con el indicador usado para determinar el punto final. La alcalinidad es un agregado de propiedades del agua y puede ser interpretado únicamente en términos de substancias específicas cuando la composición química de la muestra es conocida.

La alcalinidad depende de la presencia de carbonatos, bicarbonatos, hidroxilos, boratos, fosfatos, silicatos y otras bases que puedan estar presentes. Los valores de alcalinidad se emplean en la interpretación y control de tratamiento de aguas residuales.

El método para la determinación de alcalinidad está basado en la reacción de un ácido estándar con los iones hidroxilo presentes en la muestra, producto de la disociación o de la hidrólisis de solutos en solución.

Esta determinación se puede llevar a cabo mediante volumetría tradicional en presencia de indicadores: fenolftaleina (viraje a pH=8,3) y mixto (verde de bromocresol y rojo de metilo, 5:1 p/p (viraje a pH=4,5) cuyo cambio de color (viraje) se manifiesta a los pH indicados.

# 4.6.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

El cloro residual presente en aguas tratadas interfiere con el viraje de los indicadores.

Los jabones, materias aceitosas y sólidos suspendidos o precipitados pueden enmascarar o dificultar la observación del punto final de la titulación cuando esta se realiza con potenciómetro, pues el electrodo se puede recubrir de dichas sustancias y no dar una respuesta correcta. La presencia de color y de solidos suspendidos afectan viraje de color del indicador. Para atenuar estas interferencias es

aconsejable utilizar el método potenciométrico verificando los puntos finales a pH=8,3 y pH=4,5. Tenga en cuenta las consideraciones expuestas en la metodología de pH para el aseguramiento de la calidad de los resultados analíticos.

Sin embargo, debe tenerse cuidado porque estas interferencias pueden cubrir el electrodo de vidrio y producir una respuesta lenta y por esto debe darse tiempo adicional entre la adición del titulante y la lectura para permitir que se alcance el equilibrio apropiado.

Las muestras no se deben filtrar, diluir o concentrar.

# 4.6.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de la acidez en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.

#### 4.6.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para alcalinidad en aguas potables es de 200 mg de  $CaCO_3/L$ 

#### 4.6.6 MATERIALES Y EQUIPOS

#### 4.6.6.1 Materiales

- Desecador
- Bureta
- Probetas de 50 y 100 mL
- Erlenmeyers de 250 mL
- Pipetas graduadas de 1 a 20 mL
- Vasos de precipitado
- Balones aforados de 100 a 1.000 mL
- Agitador magnético

#### 4.6.6.2 Equipos

- Balanza analítica
- Estufa
- Potenciómetro (para muestras excesivamente turbias o coloreadas)
- Plancha de agitación

#### 4.6.7 REACTIVOS

- Los reactivos deben ser grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- Agua destilada y desionizada (d.d.).
- Solución estándar de ácido sulfúrico 0,1N. En un vaso de precipitados de 200 mL tome 150 mL de agua d.d. y diluya en esta 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado (96-98%) y transfiérala cuantitativamente a un balón aforado

de 1Litro y complete a volumen con agua d.d.

- Si va a utilizar ácido clorhídrico, debe proceder de la misma forma anterior, utilizando 8,2 ml de ácido clorhídrico concentrado (36-38%).
- Para valorar cualquiera de los dos ácidos, transfiera 40 mL de solución de carbonato de sodio 0,05N en un erlenmeyer de 250 mL y complete a 100 mL con agua d.d. y 3 gotas de indicador mixto o verde de bromocresol. Titule con el ácido preparado dispensándolo gota a gota desde una bureta; agite suave y constantemente el erlenmeyer hasta observar que el color azul vire a rosa champaña con indicador mixto o amarillo con verde de bromocresol. Calcule la normalidad del ácido con la siguiente relación.

$$N = \frac{A \times B}{53,00 \times C}$$

A= concentración (g/L) gramos de  $Na_2CO_3$  pesados por litro de solución B= mililitros de solución de  $Na_2CO_3$  titulados C= mililitros de ácido gastados en la titulación 53,00= peso equivalente del  $Na_2CO_3$ 

Cuando la concentración del ácido es 0,1000 N, 1 mL de acido = 5 mg/L de CaCO<sub>3</sub>

- Solución estándar de ácido sulfúrico o ácido clorhídrico 0,02N. Transfiera 200 mL de ácido sulfúrico o clorhídrico 0,1N a un balón aforado de un litro y complete a volumen con agua d.d. Valore según el procedimiento anterior con 15 mL de solución de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0,05N.
  - Cuando la concentración del ácido es 0,0200 N, 1 mL de ácido = 1 mg/L de  $CaCO_3$
- Solución de fenolftaleína: en un balón aforado de 100 mL coloque 50 mL de alcohol etílico (96%) o alcohol isopropílico. Adicione 0,5 g de fenolftaleina, disuelva y complete a volumen con agua d.d.
- Indicador Mixto. Disuelva 0,02 g de rojo de metilo y 0,1 g de verde de bromocresol en 100 mL de alcohol etílico (96%) o isopropílico.
- Solución de Tiosulfato de Sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O) 0,1N. Coloque en un vaso de precipitados 300 mL de agua d.d. y disuelva 25 g de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O. Transfiera cuantitativamente a un balón aforado de 1 Litro y complete a volumen con agua d.d.
- Solución de Carbonato de Sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) 0,05N. Seque de 3 a 5 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> estándar primario a 2500C durante 4 horas y deje enfriar en el desecador. Pese 2,5 ± 0,2 g y transfiera a un balón aforado de 1 Litro; disuelva y complete a volumen con agua d.d. Esta solución no es estable por más de una semana.

# 4.6.8 METODOLOGÍA

#### 4.6.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

Debe colectar como mínimo 200 mL de la muestra en recipientes de poliestireno o vidrio, previamente lavados con detergente y agua, y enjuagar varias veces (mínimo 3 veces) con la misma calidad de agua que será tomada como muestra.

Llene completamente el recipiente (no dejar aire). En caso de no poder analizar la muestra de inmediato, debe refrigerarla a 40C evitando su congelación máximo durante 24 horas. Esta muestra bajo condiciones correctas de almacenamiento puede ser retenida por un periodo no superior a 14 días. Si la muestra es de agua tratada con cloro debe agregar una gota de solución de tiosulfato de sodio (Na2S2O3) 0,1N, para eliminar el cloro residual que interfiere con el cambio de color de los indicadores. Si utiliza este, también debe adicionársele al blanco. Si la muestra presenta color, debe realizarse la titulación utilizando el potenciómetro.

Nota: la muestra no debe ser filtrada, diluida, concentrada o alterada para la determinación, pues el resultado se ve afectado.

## 4.6.8.2 PROCEDIMIENTO

Para alcalinidades menores a 20 mg/L, mida en probeta entre 100 y 200 mL de la muestra de agua y coloque en un erlenmeyer de 250 mL.

- 1) Adicione 3 gotas del indicador fenolftaleina y mezcle suavemente. Si no aparece ningún color, la alcalinidad a la fenolftaleina (F) es igual a cero (0); si aparece un color rosado o violeta, continúe con el siguiente paso.
- 2) Empleando una bureta con ácido sulfúrico o clorhídrico 0,02N, titule gota a gota la muestra coloreada, con agitación moderada hasta la completa desaparición del color generado por el indicador. Anote el volumen de ácido gastado que corresponde a la alcalinidad a la fenolftaleína.
- 3) Agregue 4 gotas del indicador mixto y mezcle. Si aparece un color rosa champaña, la alcalinidad total (T) es igual a cero (0), pero si el color desarrollado es azul, continúe con el siguiente paso.
- 4) Empleando una bureta con ácido sulfúrico o clorhídrico 0,02N, titule gota a gota la muestra de color azul con agitación moderada hasta la aparición del color rosa champaña. Para la mejor visualización de este color se recomienda utilizar un "blanco" con agua dd y restar luego este valor del gasto de la muestra. Anote el volumen gastado. El volumen total gastado en ambas tituaciones corresponde a la alcalinidad total de la muestra analizada.

#### 4.6.9 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios de 5.0 y 50.0 mg/L de  $\text{CaCO}_3$  o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.6.10 RESULTADOS

### 4.6.10.1 CÁLCULOS

(F) 
$$y/o$$
 (T) (en  $mg$  de  $CaCO_3/L$ )=  $\frac{A \times B \times C \times 1000}{M}$ 

Donde:

(F)= alcalinidad a la fenolftaleina

(T)= alcalinidad total

A= volumen de solución de ácido estándar gastado (en mL)

B= normalidad de la solución del ácido estándar

C= peso equivalente del carbonato de calcio, patrón escogido para la expresión del resultado (50g/eq-g)

1.000 = Factor de conversión (mg/g)

M= volumen de muestra titulada (en mL)

Los resultados obtenidos de la alcalinidad total y a la fenolftaleina permiten clasificar las tres principales formas de alcalinidad presentes en muchas clases de aguas. La clasificación asume que toda la alcalinidad se debe a bicarbonatos, carbonatos e hidroxilos, y asume la ausencia de otras bases de ácidos inorgánicos (silícico, fosfórico, bórico, etc.) y orgánicos. Para hacer dicha clasificación puede consultar la tabla 11.

Tabla 11. Relaciones de alcalinidad.

Resultado de		Hidroxilos	Carbonatos	Bicarbonatos	
la Titulación		(mg/L CaCO <sub>3</sub> )	(mg/L CaCO <sub>3</sub> )	(mg/L CaCO <sub>3</sub> )	
F =		0	0	0	Т
F <	1/2	Т	0	2F	T-2F
F =	1/2	Т	0	2F	0
F >	1/2	Т	2F-T	2( T-F )	0
F =		Т	Т	0	0

F = Alcalinidad a la fenolftaleina

T = Alcalinidad total

Fuente: AWWA – APHA – Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21 Ed.

#### 4.6.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras y de las soluciones reguladoras deben ser neutralizados y posteriormente pueden ser eliminados por el desagüe.

# **4.6.12 ANEXOS**

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

#### 4.6.12.1 RECOMENDACIONES

Repita el análisis cuando por exceso de turbiedad o color se dificulte la visualización del cambio de color.

#### 4.7 COLOR APARENTE

Foto 7. Comparador visual y tubos Nessler utilizados en la determinación de color aparente.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoguímico de Aguas.



# 4.7.1. MÉTODO: Comparación visual (Standard Methods) 2120 A

#### 4.7.2. FUNDAMENTO

El color en el agua se debe a la presencia de iones metálicos característicos (hierro, manganeso), humus, turba, plancton, material vegetal y desechos industriales.

El término "color verdadero" se refiere al color del agua a la cual se le ha removido la turbiedad. El término "color aparente" incluye tanto el color debido a las sustancias en solución como el color debido a la materia en suspensión. El color aparente se determina en la muestra original sin filtración o centrifugación.

En algunas aguas altamente coloreadas contribuye especialmente a esta situación la materia coloidal o suspendida; en tal caso es posible determinar tanto el color aparente como el color verdadero.

La turbiedad debe ser removida para la medición del color por los métodos corrientemente aceptados. Sin embargo, no se ha encontrado el método óptimo para la remoción de la turbiedad sin remover el color.

La filtración produce resultados reproducibles día a día entre laboratorios. Sin embargo, algunos procesos de filtración también pueden remover el color verdadero. La centrifugación evita interacciones del color con materiales filtrantes, pero los resultados varían con la naturaleza, el tamaño de la muestra, la velocidad y el tiempo de centrifugación. Debe escogerse el pretratamiento más adecuado según el método de medición de color que se utilice.

El método de comparación visual es aplicable casi a todas las muestras de agua potable.

Para las aguas polucionadas con ciertos desechos industriales que producen colores inusuales, es más adecuado un método instrumental.

El color de una muestra es determinado por comparación visual con una solución coloreada de concentración conocida. La comparación también puede ser hecha con discos especiales de vidrio de color adecuadamente calibrados. El método de platino-cobalto para la medición de color, es el método estándar, que toma como unidad de color el producido por un miligramo de platino en un litro de agua como ion cloro platinato. Este método es usado para la medición de color de aguas potables y aguas en las cuales el color se debe a presencia de materiales naturales. No es aplicable a aguas de desechos industriales altamente coloreadas.

# 4.7.3. INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

Pequeñas cantidades de turbiedad producen un color aparente notablemente alto comparado con el color verdadero. Remueva la turbiedad por centrifugación durante 1 hora o por filtración a través de una membrana de celulosa de 0,45 µm.

El valor del color del agua depende estrechamente del pH. Cuando se informe un valor de color se debe especificar el pH al cual es determinado.

# 4.7.4. ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación del color (aparente o verdadero) en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.

#### 4.7.5. VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para color aparente en aguas potables es de 15 UPC.

#### 4.7.6 MATERIALES Y EQUIPOS

#### 4.7.6.1 Materiales.

- Tubos Nessler
- Balones aforados
- Pipetas aforadas y graduadas.

# 4.7.6.2 Equipos.

- Balanza analítica
- Membranas de nitrato de celulosa de 0,45 µm
- Equipo para filtración al vacío
- Potenciómetro con electrodo de pH

# 4.7.7 REACTIVOS

- Los reactivos deben ser grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- Agua destilada desionizada (d.d.).
- Solución estándar de color 500 UPC. En un vaso de precipitado de 600 mL coloque 400 mL de agua d.d. y 100 mL de ácido clorhídrico concentrado (36-37%). Disuelva 1,246 g de cloroplatinato de potasio (K<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>, equivalente a

500 mg de Pt metálico) y 1,000 g de cloruro de cobalto cristalizado (COCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O; equivalente aproximadamente a 250 mg de CO metálico). Transfiera cuantitativamente a un balón aforado de 1 litro y complete a volumen con agua d.d. Esta solución esta disponible comercialmente y puede ser utilizada como estándar primario.

Prepare estándares de color de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 y 100 UPC por dilución de 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 8,0, 10,0 y 20 mL de solución estándar de 500 UPC. con agua dd a 100 mL. Debe evitar que estas soluciones se evaporen o se contaminen. Cuando no se estén utilizando deben almacenarse en la oscuridad y a 4°C evitando su congelación. Estas soluciones son estables por un periodo de un mes.

# 4.7.8. METODOLOGÍA

#### 4.7.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

La muestra debe ser recolectada en un recipiente de vidrio ámbar o de plástico protegido de la luz que se encuentre totalmente limpio. Debe transportarse refrigerada a 4°C evitando su congelación. La determinación de color debe llevarse a cabo dentro de las 24 horas siguientes a la toma de la muestra.

# 4.7.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1) Transfiera las soluciones patrón de color a tubos Nessler y llene hasta el afore. Tape muy bien los tubos para evitar la evaporación o contaminación de los patrones.
- 2) En otro tubo Nessler, llene hasta el afore con la muestra de agua. Si el pH de la muestra se encuentra por fuera del rango de 4 a 10, es recomendable ajustar el pH a 7. Si se va a determinar el color verdadero de la muestra filtre mínimo 50 mL de muestra a través de una membrana de 0,45 μm.
- 3) Escoja, por inspección rápida, el patrón más parecido a la muestra de agua.
- 4) Mire verticalmente hacia abajo a través de los tubos en dirección a una superficie blanca colocada en un ángulo tal que la luz sea reflejada hacia arriba a través de la columna del líquido, para comparar eficientemente la muestra con los patrones.
- 5) Seleccione el patrón que presente un color igual al de la muestra y adopte este valor en UPC. Si el color del agua problema está entre dos patrones, asígnele un valor intermedio interpolando por aproximación.
- 6) Si dispone de un equipo para la medición de color siga cuidadosamente las instrucciones de manejo y calibración. Debe corroborar la calibración de los filtros de vidrio con las soluciones estándar de color.
- 7) Si existe turbiedad presente que no fue removida, reporte como color aparente. Si el color excede las 100 UPC, diluya adecuadamente la muestra y haga nuevamente la determinación.

#### 4.7.9. CONTROL DE CALIDAD.

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios de 5,0 y 15,0 UPC o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su

evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

### 4.7.10 RESULTADOS

# 4.7.10.1 CÁLCULOS

Aplique la siguiente relación para el cálculo del color en unidades de platino-cobalto (UPC), en caso de haber utilizado una dilución.

$$Color (UPC) = \frac{A \times B}{M}$$

Donde:

A= color estimado de la dilución en la prueba de comparación visual

B= capacidad del tubo de Nessler utilizado (mL)

M= volumen en mL de la muestra original tomada para el análisis

Ver la expresión de los resultados en la tabla 12.

Tabla 12. Expresión de resultados.

Para un r	anç	go ( UPC )	Aproximar en: ( UPC )*
			( número referencia)
1	-	50	1
51	-	100	5
101	-	250	10
251	_	500	20

Aproximar al número entero más cercano divisible por el número referencia en cada rango.

Fuente: AWWA – APHA – Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21 Ed.

### 4.7.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras analizadas se neutralizan y se desechan por el vertedero. Los residuos de las soluciones estándar se recolectan en un recipiente rotulado como "residuos de metales pesados" y se disponen de acuerdo con lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

#### **4.7.12 ANEXOS**

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

#### 4.7.12.1 RECOMENDACIONES

Indique simultáneamente con el resultado de color, el pH al cual se realizó esta determinación.

#### 4.8 COLOR VERDADERO

Foto 8. Celda de cuarzo y espectrofotómetro UV/VIS utilizados en la medición del color verdadero.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoquímico de Aquas.



## 4.8.1 MÉTODO

Espectrofotometría método de Longitud de onda simple (Standard Methods) 2120C

### **5.8.2 FUNDAMENTO**

El color real o verdadero de una muestra es determinado espectrofotométricamente a una longitud de onda entre 450 y 465 nm, con soluciones estándar preparadas a partir de cloroplatinato de potasio y cloruro de cobalto. La mejor elección de la longitud de onda es 456 nm, aunque cada laboratorio debe hacer el barrido y afinar la selección de esta longitud de onda, para la determinación de estándares y muestras a analizar.

# 4.8.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

La principal interferencia es la presencia de coloides y partículas en suspensión que absorben la luz en cercanía de la longitud de onda señalada. Por lo tanto es necesario para este método el remover la materia particulada presente, ya sea por centrifugación durante 1 hora o por filtración a través de una membrana de celulosa de 0.45 um.

Como la materia orgánica absorbe la luz en función del pH y este puede a su vez afectar la solubilidad de la sustancias, no ajustar el pH si las muestras tiene valores entre 4 y 10; si es necesario ajustar, acondicionar el pH a 7.

La mínima cantidad de color detectado depende del paso de luz a través de las celdas empleadas, es necesario elegir un tamaño de celda que permita obtener una buena exactitud y linearidad del método, en el cual la respuesta tiene que tener en cuenta la calidad del equipo espectrofotométrico utilizado.

Diluir las muestras con alto contenido color para que puedan entrar en el rango de medición encontrado en cada laboratorio. Las lecturas de absorbancias, deben caer en el rango de 0,005 a 0,8 unidades.

# 4.8.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación del color verdadero en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.

## 4.8.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para color verdadero no está estipulado, pero se requiere que el valor sea menor a lo reportado como color aparente de 15 UPC en aguas para consumo humano.

### 4.8.6 MATERIALES Y EQUIPOS

#### 4.8.6.1 Materiales.

- Balones aforados de 100 y 1.000 mL
- Vasos de precipitado
- Pipetas aforadas y graduadas
- Probetas de 50 mL
- Membranas de nitrato de celulosa de 0,45 um
- Pipeteadores.

# 4.8.6.2 Equipos.

- Balanza analítica
- Espectrofotómetro UV-Vis a 456 nm
- Celda de cuarzo de 10 mm
- Equipo para filtración al vacío
- Potenciómetro con eléctrodo de pH

#### 4.8.7 REACTIVOS

- Los reactivos deben ser grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- Agua destilada desionizada (d.d.)
- Solución estándar de color 500 ÚPC. En un vaso de precipitado de 600 mL coloque 400 mL de agua d.d. y 100 mL de ácido clorhídrico concentrado (36-37%). Disuelva 1,246 g de cloroplatinato de potasio (K<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>, equivalente a 500 mg de Pt metálico) y 1,000 g de cloruro de cobalto cristalizado (COCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O; equivalente aproximadamente a 250 mg de CO metálico). Transfiera cuantitativamente a un balón aforado de 1 litro y complete a volumen con agua d.d. Esta solución esta disponible comercialmente y puede ser utilizada como estándar primario.
- Prepare estándares de color de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 y 100 UPC por dilución de 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0, 6,0, 8,0, 10,0 y 20 mL de solución estándar de 500 UPC. con agua dd a 100 mL. Debe evitar que estas soluciones se evaporen o se contaminen. Cuando no se estén utilizando deben almacenarse en la oscuridad y a 4°C evitando su congelación. Estas soluciones son estables por un periodo de un mes.

# 4.8.8 METODOLOGÍA

## 4.8.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

La muestra debe ser recolectada en un recipiente de vidrio ámbar o de plástico protegido de la luz que se encuentre totalmente limpio. Debe transportarse refrigerada a 4°C evitando su congelación. La determinación de color debe llevarse a cabo dentro de las 24 horas siguientes a la toma de la muestra.

### 4.8.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. En la medición siga cuidadosamente las instrucciones de manejo y verificación del equipo.
- 2. Para determinar el color verdadero, filtre la muestra a través de una membrana de 0.45 um.
- 3. Para las lecturas utilice siempre la misma celda o haga pareamiento de las que utilice, asegurando que sean las mismas conque se lea los estándares y las muestras.
- 4. Calibre el equipo a 100% de transmitancia (o cero de absorbancia) con el blanco a 456 nm.
- 5. Lea la absorbancia del blanco y de cada uno de los estándares para el desarrollo de la curva.
- 6. Para las muestras repita el mismo procedimiento y es aconsejable tomar un tiempo constante de reacción, para leer muestras y patrones.
- 7. Para equipos con curvas de de calibración pre programadas para color, debe seguirse las instrucciones del fabricante para el cero instrumental y la medición de las muestras.

### 4.8.9 CONTROL DE CALIDAD.

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios de 5,0 y 15,0 UPC o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.8.10 RESULTADOS.

## 4.8.10.1 CALCULOS

Transforme el dato de porcentaje de transmitancia a absorbancia mediante la siguiente relación.

Absorbancia = 2 - log%T

Determine el color de las muestras usando las lecturas de absorbancias y relacionándolas con la curva de calibración y las unidades de color de color en UPC

. .

## 4.8.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras analizadas se neutralizan y se desechan por el vertedero. Los residuos de las soluciones estándar se recolectan en un recipiente rotulado como "residuos de metales pesados" y se disponen de acuerdo con lo establecido en los protocolos de bioseguridad del Laboratorio.

### **4.8.12 ANEXOS**

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

### 4.8.12.1 RECOMENDACIONES

Indique simultáneamente con el resultado de color, el pH al cual se realizó esta determinación.

#### 4..9 DUREZA TOTAL

Foto 9. Montaje para la determinación volumétrica de dureza total: bureta digital, plancha de agitación.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoguímico de Aguas.



# 4.9.1. MÉTODO

Volumétrico con EDTA (Standard Methods) 2340 C

# 4.9.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.

La dureza es una propiedad de las aguas que se manifiesta por su capacidad para precipitar el jabón. El jabón es precipitado principalmente por los iones de calcio y magnesio presentes en la muestra. Sin embargo, otros cationes polivalentes también precipitan el jabón pero aparecen en formas complejas principalmente como compuestos orgánicos y por ello su acción en aguas duras es mínima. En consecuencia, basados en la práctica, la dureza total es definida como la suma de las concentraciones de calcio y magnesio presentes, expresadas como miligramos de carbonato de calcio en un 1 litro de agua.

La dureza puede estar en un rango de cero a varios cientos de mg de CaCO<sub>3</sub>/L, dependiendo del origen y del tratamiento al cual haya sido sometida el agua.

El ácido etilendiaminotetraacético y su sal sódica (EDTA) forman un quelato soluble cuando se adicionan a una solución de ciertos cationes metálicos. Si una pequeña cantidad de una substancia colorante como negro de eriocromo T o calmagita se adiciona a una solución acuosa que contenga iones calcio y magnesio con un pH de  $10 \pm 0$ , 1, la solución da un color rojo vino tinto, y adicionando una solución de EDTA como titulante, el calcio y el magnesio forman un complejo. Cuando todo el calcio y el magnesio forman el complejo la solución cambia de color rojo vino tinto a color azul, marcando el punto final de la titulación. El ion magnesio debe estar presente para que se produzca un punto final satisfactorio.

La nitidez del punto final se incrementa con el pH; sin embargo, el pH no puede incrementarse indefinidamente porque es probable que se precipite el carbonato de calcio  $(CaCO_3)$  o el hidróxido de magnesio  $(Mg(OH)_2)$  y porque el indicador cambia de color a un pH alto. La titulación debe ser realizada en un tiempo máximo de 5 minutos para minimizar la tendencia a la precipitación del  $CaCO_3$ .

# 4.9.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

Algunos iones metálicos interfieren produciendo disminución del color en el punto final o produciendo múltiples puntos finales por consumo estequiométrico de EDTA. Esta interferencia se reduce por adición de ciertos inhibidores antes de la titulación.

Cuando los metales pesados están presentes en altas concentraciones, es necesario determinar calcio y magnesio por otros métodos y no por titulación con el EDTA.

La materia orgánica coloidal o suspendida puede interferir en la determinación del punto final. Para eliminar esta interferencia, evapore la muestra hasta la sequedad sobre un baño de vapor y caliente en una mufla a 550°C hasta que la materia orgánica se haya oxidado totalmente. Disuelva el residuo en 20 mL de ácido clorhídrico 1N y neutralice a un pH de 7 con hidróxido de sodio 1N; complete a volumen de 50 mL con agua destilada, enfríe a temperatura ambiente y continúe de acuerdo al procedimiento.

### 4.9.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de la dureza total en aguas para consumo humano, aguas superficiales y aguas subterráneas.

## 4.9.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para Dureza Total en aguas potables es de 300 mg de CaCO<sub>3</sub>/L.

## 4.9.6 MATERIALES YEQUIPOS

#### 4.9.6.1 Materiales.

- Balones aforados de 100 a 1.000 mL.
- Erlenmeyers de 250 mL y de 500 mL.
- Probetas
- Pipetas aforadas
- Bureta
- Cucharilla de medición
- Agitador magnético

## }4.9.6.2 Equipos.

- Balanza analítica
- Plancha de agitación y calentamiento
- Potenciómetro con electrodo de pH

### 4.9.7 REACTIVOS

- Los reactivos químicos utilizados deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- Agua destilada y desionizada (d.d.)

- Solución reguladora. En un balón aforado de 250 mL agregue 143 mL de hidróxido de amonio concentrado (NH<sub>4</sub>OH). Disuelva 16,9 g de cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl) y 1,25g de sal magnésica del EDTA; Complete a volumen con agua d.d. Si la sal magnésica del EDTA no está disponible, disuelva 1,179g de sal disódica del EDTA dihidratada y 0,780g de sulfato de magnesio (MgSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O) o 0,644 g de cloruro de magnesio (MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O) en 50 mL de agua d.d. Adicione esta solución a 143 mL de NH<sub>4</sub>OH concentrado, agregue 16,9 g de NH<sub>4</sub>Cl y complete a 250 mL con agua d.d. Los equivalentes de EDTA adicionados deben ser exactamente los mismos que los equivalentes de MgSO<sub>4</sub> o MgCl<sub>2</sub> adicionados para no introducir error en la determinación de dureza.
- La solución reguladora debe ser almacenada en un recipiente de plástico o de vidrio borosilicato y es estable máximo por un mes. Manténgala bien cerrada para evitar la pérdida de ión amonio o para evitar la carbonatación de la misma. Descarte la solución reguladora cuando más de 2 mL sean requeridos para ajustar el pH en 10,0±0,1.

Comercialmente se consiguen soluciones reguladoras inodoras y más estables que la de NH<sub>4</sub>Cl-NH<sub>4</sub>OH pero usualmente no dan un punto final nítido porque su reacción es muy lenta. Una de estas soluciones se prepara mezclando 55 mL de ácido clorhídrico concentrado con 400 mL de agua d.d.; adicione lentamente y con agitación 300 mL de 2-aminoetanol (libre de aluminio y de metales pesados). Adicione 5,0g de sal magnésica del EDTA y complete a 1 litro con agua d.d.

#### 4.9.7.1 INDICADORES

muchos tipos de indicadores han sido propuestos y pueden ser utilizados si el analista demuestra que se pueden obtener resultados precisos y exactos en los análisis. La principal dificultad con las soluciones de indicadores es su deterioro por el envejecimiento, lo que se refleja en puntos finales aleatorios. Por ejemplo, las soluciones alcalinas de Negro de Eriocromo T son sensibles a los oxidantes y sus soluciones acuosas o alcohólicas son inestables. En general, use la menor cantidad de indicador que le permita ver nítidamente el punto final de la determinación. La cantidad de indicador a utilizarse normalmente es determinada de acuerdo a la habilidad del analista.

- Negro de eriocromo T es la sal sódica del ácido 1-(1-hidróxi-2-naftilazo)-5-nitro-2-naftol-4-sulfónico. En 100 g de trietanolamina (TEA) o 2-metoximetanol (etilenglicol monometil éter), disuelva 0,5 g del indicador. Por cada 50 mL de muestra a titular, adicione dos gotas de esta solución. O también: pese separadamente 0,5 g de Negro de Eriocromo T y 100 g de Cloruro de Sodio (NaCl). Coloque ambos compuestos en un mortero y pulverícelos hasta distribuir uniformemente el colorante en la sal. Almacene en una botella bien tapada.
- Calmagita, ácido 1-(1-hidróxi-4-metil-2-fenilazo)-2-naftol-4-sulfónico. Este es estable en solución acuosa, produce el mismo cambio de color que el negro de eriocromo T y presenta un punto final más nítido. Disuelva 0,10 g de calmagita en 100 mL de agua d.d.. Por cada 50 mL de muestra a titular utilice 1 mL de solución.
- Solución estándar de EDTA 0,01M. En un vaso de precipitados de 250 mL

disuelva 3,723 g de sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético dihidratada (EDTA disódico) en agua d.d. y transfiera cuantitativamente a un balón aforado de 1L y complete a volumen con la misma calidad de agua. Normalice contra una solución estándar de calcio según el procedimiento descrito más adelante. La solución se debe almacenar en un recipiente plástico y debe ser normalizada periódicamente.

- Solución estándar de calcio. Pese 1,000 g de carbonato de calcio (CaCO<sub>3</sub>) anhidro, estándar primario, en polvo. Transfiera a un erlenmeyer de 500 mL. Coloque un embudo en la boca del erlenmeyer y adicione poco a poco solución de ácido clorhídrico 1+1 hasta que haya disuelto todo el CaCO<sub>3</sub>. Adicione 200 mL de agua d.d. y lleve a ebullición por unos minutos para eliminar el CO<sub>2</sub>. Enfríe y agregue unas gotas de indicador rojo de metilo; ajuste a un color amarillo con hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH) 3N o ácido clorhídrico 1+1. Transfiera cuantitativamente a un balón aforado de 1 L y complete a volumen con agua d.d. (1 mL de solución estándar = 1,00 mg CaCO<sub>3</sub>).
- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0,1N.

# 4.9.8 METODOLOGÍA

# 4.9.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

Se debe recoger la muestra en un recipiente de plástico o vidrio borosilicato limpio y transportar refrigerada a 4°C evitando su congelación. La muestra no requiere de conservantes y para su almacenamiento debe refrigerarse a 4°C evitando la congelación de la muestra. La muestra bajo estas condiciones puede almacenarse por un periodo de 1 mes.

### 4.9.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. Mida en una probeta 50 mL de la muestra de agua o una alícuota diluida adecuadamente hasta 50 mL con agua dd y transfiera a un erlenmeyer de 250 mL.
- 2. Adicione 1 mL de solución reguladora de amonio y mezcle.
- 3. Agregue dos gotas de la solución indicadora (negro de Eriocromo T), o si el indicador se preparó en forma sólida adicione con la cucharilla de medición una pequeña cantidad de indicador.
- 4. Agite hasta completar la disolución del indicador. Si aparece un color azul la dureza total es igual a cero (0), si la coloración es vino tinto continúe con el paso siguiente.
- 5. Titule la muestra con la solución estándar de EDTA 0,01M, dispense desde una bureta y agite constantemente. Cuando desaparezca la coloración vino tinto, adicione gota a gota el EDTA hasta que aparezca un color azul. Anote el volumen de la solución EDTA gastado.
- 6. Si no se observa claramente el punto final de la titulación, es posible que en la muestra existan interferencias. Para solucionar esto, a la alícuota de muestra a ser analizada realícele el tratamiento con el inhibidor de interferencias adecuado y titule la muestra nuevamente.

#### 4.9.9 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras deben determinarse a la par estándares primarios de 5.0 y 40.0 mg de CaCO<sub>3</sub>/L o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.9.10 RESULTADOS.

#### 4.9.10.1 CALCULOS

Aplique la siguiente relación para calcular la dureza total (DT), expresada en mg de CaCO<sub>3</sub>/L

$$Dureza\ total = DT\ (mg\ de\ CaCO_3/L) = \frac{A\ x\ B\ x\ C\ x\ 1000}{M}$$

#### Donde:

A= volumen de solución de EDTA gastado en la titulación (mL) B= concentración molar de la solución de EDTA C= peso fórmula del carbonato de calcio (100 g/mol) 1.000= Factor de conversión (mg/g) M= volumen de la muestra de agua titulada (mL)

## 4.9.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras analizadas, así como también los de las soluciones estándar utilizadas deben neutralizarse y desecharse por el vertedero.

#### **4.9.12 ANEXOS**

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

### 4.9.12.1 RECOMENDACIONES

Emplee un "blanco" con 50 mL de agua d.d. para compensar las impurezas de los reactivos y definir el tono del color en punto final, reste su valor del volumen titulado de las muestras antes de hacer los cálculos.

#### 4.10 DUREZA AL CALCIO

Foto 10.Montaje para la determinación volumétrica de dureza al calcio: Bureta digital, plancha de agitación.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoguímico de Aguas.



4.10.1 MÉTODO: Volumétrico con EDTA (Standard Methods) 3500-Ca B

## 4.10.2 FUNDAMENTO

En aguas frescas el mecanismo de solución reguladora está constituido principalmente por el equilibrio entre el dióxido de carbono y los iones bicarbonato y carbonato. La dureza está basada en las concentraciones de las sales de calcio y magnesio y se usa como una medida de la calidad del agua potable. Los compuestos de calcio se usan en la industria farmacéutica en la preparación de pigmentos, fertilizantes y plastificantes y en fotografía. La presencia de calcio en aguas de abastecimiento se debe a que estas pasan por depósitos de piedras calizas, dolomitas, yeso, etc. La concentración puede estar en un rango de cero a varios cientos de miligramos en un litro de agua, lo cual depende del origen y del tratamiento al cual ha sido sometida. Pequeñas concentraciones de carbonato de calcio combaten la corrosión de los tubos de metal por la formación de una capa protectora. Un contenido apreciable de sales de calcio al calentarse forma incrustaciones dañinas en calderas, tubos y utensilios de cocina.

Para reducir el contenido de calcio y la dureza se usan tratamientos químicos (ablandamiento de aguas) como osmosis inversa, electrodiálisis o intercambio iónico.

Cuando se agrega ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) o sus sales a un agua que contenga iones calcio y magnesio, este forma complejos primero con el calcio. Si el pH es lo suficientemente alto (pH 12-13) para precipitar cuantitativamente el magnesio como hidróxido (Mg(OH)<sub>2</sub>), es posible determinar solamente el calcio en presencia de un indicador (murexida, negro azulado de Eriocromo R) de tal forma que cuando todo el calcio haya formado complejos con el EDTA se da un cambio nítido de color.

# 4.10.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO.

Si a un pH de 12 a 13 se deja expuesta la muestra al aire, se precipita el calcio como CaCO<sub>3</sub> por reacción con el CO<sub>2</sub>. Los ortofosfatos precipitan el calcio al pH de

trabajo. Si la alcalinidad es mayor de 300 mg CaCO<sub>3</sub>/L, el estroncio y el bario producen interferencia positiva.

# 4.10.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de la dureza cálcica en aguas para consumo humano, aguas superficiales y aguas subterráneas.

#### 4.10.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para Calcio en aguas potables es de 60 mg de Ca/L

### 4.10.6 MATERIALES YEQUIPOS

## 4.10.6.1 Materiales

- Balones aforados de 100 a 1.000 mL
- Erlenmeyers de 250 mL a 500 mL
- Probetas de 50 mL
- Pipetas graduadas y aforadas
- Bureta
- Cucharilla de medición
- Pipeteador
- Agitador magnético

## **4.10.2 Equipos**

- Balanza analítica
- Plancha de calentamiento y agitación

### 4.10.7 REACTIVOS

Los reactivos químicos utilizados deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.

- Agua destilada desionizada (d.d.)
- Solución de hidróxido de sodio (NaOH) 1N
- Solución estándar de EDTA 0,01M. En un vaso de precipitados de 250 mL disuelva 3,723 g de sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético dihidratada en agua d.d. y transfiera cuantitativamente a un balón aforado de 1 L y complete a volumen con la misma calidad de agua. Estandarice contra una solución estándar de calcio. La solución se debe almacenar en un recipiente plástico y debe ser valorada periódicamente.

### 4.10.7.1 Indicadores

Existen en el comercio muchos indicadores que pueden ser utilizados en la titulación del calcio con EDTA; sin embargo, se describen los dos indicadores más utilizados:

- Murexida (purpurato de amonio). El indicador vira de rosado a púrpura en el punto final de la titulación. Disuelva 0,150 g de indicador en 100 g de etilenglicol absoluto. Las soluciones acuosas no son estables por más de un día. El indicador en una mezcla sólida es muy estable. Se prepara con 0,200 g de murexida en polvo más 100 g de cloruro de sodio s ó l i d o ; macere, homogenice y tamice a malla 40 a 50. Utilice 0,2 g de mezcla sólida o 1 ó 2 gotas de solución para 50 mL de la muestra a titular. Las muestras deben ser tituladas inmediatamente después de la adición del indicador, pues el color del mismo es inestable a pHs altos.
- Negro azulado de Eriocromo R. En un mortero de porcelana coloque 0,200 g de indicador en polvo y 100 g de cloruro de sodio sólido, pulverice y tamice a malla 40 a 50. Almacene la mezcla en un recipiente perfectamente tapado. El indicador vira de rojo a púrpura azulado pasando por púrpura. El pH de algunas muestras de agua (no todas) debe subirse hasta 14 con NaOH 8N para poder observar nítidamente el cambio en la coloración.

## 4.10.8 METODOLOGÍA

# 4.10.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

Se debe recoger la muestra en un recipiente de plástico o vidrio borosilicato limpio y transportar refrigerada a 4°C evitando su congelación. La muestra no requiere de conservantes y para su almacenamiento debe refrigerarse a 4°C evitando la congelación de la muestra. La muestra bajo estas condiciones puede almacenarse por un periodo de 1 mes.

### 4.10.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. Mida en probeta 50 mL de la muestra de agua problema o una alícuota diluida hasta 50 mL con agua d.d. y transfiera a un erlenmeyer de 250 mL.
- 2. Adicione 2,0 mL de solución de hidróxido de sodio 1N para llevar a un pH de 12 a 13.
- 3. Adicione 0,1 a 0,2 g de mezcla sólida de indicador (1 o 2 gotas si es solución). Agite hasta la disolución del indicador.
- 4. Titule inmediatamente para evitar la precipitación del CaCO<sub>3</sub> y la descomposición del indicador; adicione gota a gota la solución de EDTA, desde una bureta y con agitación continua hasta obtener el cambio de color del indicador usado. Si utiliza murexida use 1 o 2 gotas de titulante en exceso para estar seguro del cambio de color.

#### 4.10.9 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios de  $2\,\mathrm{y}$  16 mg de  $\mathrm{CaCO_3/L}$  o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.10.10 RESULTADOS

# 4.10.10.1 CALCULOS

Utilice la siguiente relación para el cálculo de dureza al calcio en la muestra:

Dureza al calcio como mg de CaCO<sub>3</sub>/L) = 
$$\frac{A \times B \times C \times 1000}{M}$$

#### Donde:

A = volumen de solución de EDTA gastado en la titulación (mL) al punto final del indicador de calcio.

B = molaridad de la solución de EDTA

100.000 = peso molecular del carbonato de calcio (mg/mol)

M = volumen de muestra titulada (mL)

Utilice la siguiente relación para el cálculo de la concentración de calcio en la muestra:

$$mg\ de\ Ca/L) = \frac{A\ x\ B\ x\ C\ x\ 40.078}{M}$$

#### Donde:

A= volumen de solución de EDTA gastado en la titulación (mL) al punto final del indicador de calcio.

B= molaridad de la solución de EDTA (0,01mol/L)

40.078= peso molecular del calcio (mg/mol)

M= volumen de muestra titulada (mL)

# 4.10.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS.

Los residuos de las muestras analizadas, así como también los de las soluciones estándar utilizadas deben neutralizarse y desecharse por el vertedero.

### 4.10.12 ANEXOS

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

# 4.10.12.1 RECOMENDACIONES

Emplee un "blanco" con 50 mL de agua d.d. para compensar las impurezas de los reactivos y definir el tono del color en punto final, reste su valor del volumen titulado de las muestras antes de hacer los cálculos.

#### 4.11 FOSFATOS

Foto 11. Desarrollo del color en muestras de agua y Espectrofotómetro UV/VIS utilizado durante la determinación de fosfatos.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoguímico de Aguas.



4.11.1 MÉTODO: Cloruro estañoso por colorimetría (Standard Methods) 4500P D

### 4.11.2 FUNDAMENTO

La mayor parte del fósforo presente en aguas naturales y aguas de desecho está en forma de fosfatos, que a su vez se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro, meta y otros polifosfatos) y como organofosforados (R-PO<sub>4</sub>). Pequeñas cantidades de ciertos fosfatos condensados se agregan durante el tratamiento de las aguas de consumo. Grandes cantidades de los mismos compuestos llegan al agua cuando se emplean productos comerciales para el lavado de ropas, labores de limpieza y tratamiento de aguas de calderas. También los fertilizantes utilizados en la agricultura contribuyen a incrementar los fosfatos en las fuentes de agua.

El fósforo es esencial para el crecimiento de organismos y puede ser el nutriente que limita la productividad en una masa de agua.

De las diferentes formas de fósforo enumeradas, la única soluble son los ortofosfatos. La forma soluble puede ser separada de las formas suspendidas por filtración a través de una membrana de tamaño de poro de 0.45 micras, aunque esta afirmación no es del todo exacta. Sin embargo, es una técnica analítica conveniente y aplicable para fines prácticos.

Las formas insolubles de fósforo pueden ser solubilizadas por digestión ácida o por oxidación.

En el método del cloruro estañoso para la determinación de fósforo, se forma el ácido fosfomolíbdico que posteriormente es reducido por el cloruro estañoso y forma un compuesto de molibdeno de color azul intenso, que es proporcional a la concentración de fósforo y por tanto, se puede determinar cuantitativamente por un espectrofotómetro.

## 4.11.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO.

La sílica y el arseniato interfieren únicamente si la muestra de agua se calienta. El arseniato, fluoruro, torio, bismuto, sulfuro, tiosulfato, tiocianato y el exceso de

molibdato interfieren produciendo sesgos negativos. El ion ferroso produce color azul pero no interfiere si está en concentración menor de 100 mg/L. La interferencia por el sulfuro puede ser eliminada oxidando con agua de bromo. El Al³+, Fe³+, Mg²+, Ca²+,Ba²+, Sr²+, Li¹, Na¹, K¹, NH⁴+, Cd²+, Mn²+, Pb²+, Hg¹+, Hg²+, Sn²+, Cu²+, Ni²+, Ag¹+, U⁴+, Zr⁴+,AsO₃-, Br¬, CO₃², ClO₄-, CN¬, lO₃-, SiO₄⁴-, NO₃-, NO₂-, SO₄²-, SO₃²-, pirofosfato, molibdato, tetraborato, seleniato, benzoato, citrato, oxalato, lactato, tartrato, formiato y salicilato no interfieren en concentración menores de 1.000 mg/L.

# 4.11.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de fosfatos en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.

## 4.11.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para los fosfatos en aguas potables es de  $0.5 \, \text{mg}$  de  $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$ 

#### 4.11.6 MATERIALES Y EQUIPOS.

#### **4.11.6.1 Materiales.**

Balones aforados Probetas de 100 a 500 mL Erlenmeyers de 250 mL Pipetas graduadas de 1 a 10 mL Celdas de cuarzo o vidrio

## 4.11.6.2 Equipos.

Balanza analítica

Espectrofotómetro utilizable a 690 nm. Si el instrumento no está equipado para leer a 690 nm se puede leer a 650 nm pero se reduce la sensibilidad y la precisión.

### 4.11.7 REACTIVOS

- Los reactivos químicos utilizados deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.
- El agua debe ser destilada y desionizada (d.d.).
- Solución acuosa de indicador fenolftaleina.
- Solución de ácido fuerte. En un vaso de precipitados de 2 Litros agregue aproximadamente 600 mL de agua d.d. y lentamente adicione 300 mL de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 98%) concentrado. Cuando esté frío agregue 4,0 mL de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub> 69%) concentrado y complete a volumen de 1 litro.
- Solución de molibdato de amonio. Disuelva 25g de  $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$  en 175 mL de agua d.d.

En un vaso de precipitados coloque 400 mL de agua d.d. y adicione cuidadosamente 280 mL de ácido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ , 98%). Deie enfriar.

A esta agua acidulada adiciónele la solución de molibdato, agite y diluya a 1 litro con agua d.d.

- Cloruro estañoso (SnCl<sub>2</sub>). Disuelva 2,5 g de SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O en 100 mL de glicerol. Caliente en un baño de agua con agitación vigorosa hasta la disolución. Este reactivo es estable durante seis meses. Mantenerlo en un recipiente limpio y bien tapado.
- Solución estándar de fosfatos (50 mg/L). En un vaso de precipitados de 100 mL disuelva en agua d.d. 0,0716 g de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> anhidro, transfiera cuantitativamente a un balón de un litro y complete a volumen con la misma calidad de agua (1,00 mL=0,050 mg PO<sub>4</sub><sup>3</sup>)

# 4.11.8 METODOLOGÍA

# 4.11.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

Las muestras para el análisis de fosfatos deben recolectarse en un recipiente de vidrio que haya sido previamente lavado con ácido nítrico 1+1. La muestra debe recolectarse y mantener en refrigeración a 4°C evitando su congelación hasta el momento de realizar el análisis. La muestra sin preservantes puede almacenarse por un periodo de tiempo máximo de 48 horas. Sin embargo, para preservar la muestra por periodos prolongados de tiempo adicione 0,040 g HgCl<sub>2</sub>/L y congélela a -10°C.

## 4.11.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. Mida con pipeta aforada de 50 mL de solución estándar de fosfatos de 50 mg/L, transfiera a un balón aforado de 250 mL y complete a volumen con agua d.d. para obtener una solución patrón de 10 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>/L. A partir de esta, prepare soluciones patrón de 0,05, 0,10, 0,25, 0,50, 1,00 y 1,50 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>/L; mida 1,00, 2,00, 5,00, 10,0, 20,0 y 30,0 mL de solución y llévelos a 200 mL en balones aforados.
- 2. Mida en una probeta 100 mL de muestra o patrón. Si la muestra presenta exceso de color y turbiedad, filtre a través de una membrana de tamaño de poro 0,45 micras.
- 3. Agregue una gota (0,05 mL) de indicador fenolftaleína. Si la muestra se torna rosada, agregue gota a gota solución de ácido fuerte hasta que desaparezca el color. Si gasta más de 5 gotas de ácido (0,25 mL), debe tomar una alícuota de la muestra de agua, adicionar el indicador y acidificar hasta que desaparezca el color y diluir a 100 mL con agua d.d.
- 4. Agregue 4,0 mL de solución de molibdato de amonio y agite vigorosamente. Adicione 0.5 mL (10 gotas) de solución de cloruro estañoso, agite vigorosamente e inicie de inmediato la medición del tiempo.
- 5. Permita el desarrollo de color durante 10 minutos y lea antes de 12 minutos, utilizando como blanco agua destilada.
- 6. Para las muestras, patrones y blancos mida espectrofotométricamente el color a 690 nm (o 650 nm), dejando para todos exactamente el mismo

intervalo de tiempo.

7. Estime la concentración de PO<sub>4</sub> interpolando la absorbancia leída en la curva de calibración.

## 4.11.9 CONTROL DE CALIDAD.

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios o secundarios de 0.05 y 0.20 mg de  $PO_4^{3}$ /L o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.11.10 RESULTADOS.

### 4.11.10.1 CALCULOS

Si la lectura se encuentra en transmitancia, calcular la absorbancia con la siguiente relación.

Para calcular la concentración de PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> de las muestras utilice la siguiente relación:

Concentración (mg/L de 
$$PO_4$$
)= 
$$\frac{[(A_{muestra} - A_{blanco}) - b]}{m}$$

Donde:

Amuestra=Absorbancia de la muestra Ablanco=Absorbancia del blanco m y b= pendiente e intercepto de la gráfica Absorbancia corregida vs. Concentracion Po,<sup>3-</sup>

# 4.11.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS.

Los residuos de las muestras analizadas, así como también los de las soluciones estándar utilizadas deben neutralizarse y desecharse por el vertedero. Sin embargo, los residuos de muestras que han sido preservadas por intervalos prolongados, es decir, que contienen cloruro de mercurio deben disponerse en un contenedor adecuado y rotulado como "residuos de mercurio" y desecharse de acuerdo a lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

#### 4.11.12 ANEXOS

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

### 4.11.12.1 RECOMENDACIONES

- El cloruro estañoso es un reactivo tóxico, al pesar y preparar la solución prevenga la inhalación, ingestión o el contacto con la piel.
- La velocidad de desarrollo del color y la intensidad del mismo dependen de la temperatura de la solución final; cada grado (1°C) produce un incremento del 1% en el color. Por esto, se debe restringir a 2°C la diferencia de temperatura entre muestras, patrones y reactivos. Se recomienda trabajar entre los 20°C y los 30°C.
- En el desarrollo del color, inicialmente este aumenta y después decrece, por esto es muy importante que se conserve para muestras, blancos y patrones el mismo intervalo de tiempo entre la adición de reactivos y la lectura.

#### 4.12 CLORUROS

Foto 12. Montaje para la determinación volumétrica de cloruros Bureta digital, plancha de agitación.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoquímico de Aquas.



# 4.12.1 MÉTODO:

Volumétrico con Nitrato Mercúrico (Standard Methods) 4500Cl- C

# 4.12.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.

El cloruro (CI-) es uno de los aniones inorgánicos que se encuentra en mayor concentración en aguas de consumo y aguas de desecho. En agua potable el sabor salino producido por la presencia de cloruros es variable y depende de la composición química del agua. Algunas aguas contienen 250 mg CI-/L y pueden tener un sabor salino detectable si el principal catión que le acompaña es el sodio. El típico sabor salino puede estar ausente aun cuando la concentración de cloruros sea de 1.000 mg CI-/L, si los cationes predominantes son calcio y magnesio.

Un alto contenido de cloruros en las aguas puede dañar estructuras y tuberías metálicas, al igual que afecta el crecimiento de la flora.

El cloruro puede ser titulado con nitrato mercúrico,  $Hg(NO_3)_2$ , debido a la formación del cloruro mercúrico que es soluble y se disocia ligeramente. En el intervalo de pH de 2,3 a 2,8, la difenilcarbazona indica el punto final de la titulación por la formación de un complejo púrpura con los iones mercurio (II) que se encuentran en exceso. El Xileno Cianol FF funciona como indicador de pH y como mejorador del punto final de la titulación. Incrementar la concentración del titulante y modificar las mezclas del indicador son una forma de extender el rango de concentraciones de cloruros que se pueden determinar.

# 4.12.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

El bromuro y el yoduro son titulados con el nitrato mercúrico de la misma forma que los cloruros. Los iones cromato, hierro (III) y sulfito interfieren en la determinación cuando están presentes en concentraciones superiores a 10 mg/L.

# 4.12.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de cloruros en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.

## 4.12.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para los cloruros en aguas potables es de 250 mg de Cl/L.

#### 4.12.6 MATERIALES Y EQUIPOS.

#### 4.12.6.1 Materiales.

- Balones aforados de 100 a 1.000 mL
- Vasos de precipitados
- Probetas de 100 mL
- Pipetas aforadas y graduadas
- Erlenmeyers de 250 mL
- Bureta
- Barra magnética agitadora

## 4.12.6.2 Equipos.

- Balanza analítica
- Estufa
- Potenciómetro
- Agitador magnético

#### 4.12.7 REACTIVOS

Los reactivos químicos utilizados deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.

- Agua destilada desionizada (d.d.).
- Solución estándar de nitrato de mercurio (II) 0,0141N. En un vaso de precipitados de 250 mL disuelva 2,3 g de nitrato mercúrico (Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) o 2,5 g de nitrato mercúrico monohidratado (Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O) en agua d.d. que contenga 0,25 mL de ácido nítrico (HNO3) concentrado; transfiera cuantitativamente a un balón aforado de un litro y complete a volumen con la misma calidad de agua (1,00 mL = 0,5 mg Cl-). Estandarice la solución anterior empleando una solución estándar de cloruro de sodio 0,0141 N.
- Solución estándar de cloruro de sodio (NaCl) 0,0141N. Seque la sal a 1400C por dos horas. En un vaso de precipitados diluya 0,8240 g de NaCl en agua d.d., transfiera cuantitativamente a un balón aforado de un litro y complete a volumen con la misma calidad de agua (1,00 mL=0,5 mg Cl-).
- Ácido Nítrico 0,1 N
- Solución de Indicador mixto de cloruros. Disuelva 0,50 g de difenilcarbazona en polvo y 0,050 g de azul de bromofenol en polvo en 75 mL de etanol al 95% y posteriomente lleve a 100 mL con etanol en un balón aforado.

### 4.12.8 METODOLOGÍA

## 4.12.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

Se debe recoger la muestra en un recipiente de plástico o vidrio borosilicato limpio y transportar refrigerada a 4°C evitando su congelación. La muestra no requiere de conservantes y para su almacenamiento debe refrigerarse a 4°C evitando la congelación de la muestra. La muestra bajo estas condiciones puede almacenarse por un periodo de 1 mes.

### 4.12.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. En una probeta mida 100 mL de la muestra y transfiera a un erlenmeyer de 250 mL.
- Adicione 5 gotas de indicador mixto de cloruros y luego adicione gota a gota ácido nítrico 0,1 N hasta que obtenga una coloración amarilla que permanezca.
- 3. Titule la muestra con solución estándar de nitrato de mercurio (II) dispensándola gota a gota desde una bureta hasta la primera coloración púrpura oscura que permanezca, que indica el punto final de la titulación.
- 4. Titule un blanco de reactivos ejecutando el procedimiento antes descrito.

### 4.12.9 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios o secundarios de 5.0 y 50.0 mg de Cl-/L o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

### 4.12.10 RESULTADOS.

### 4.12.10.1 CALCULOS

$$(mg \ de \ Cl^{-}/L) = \frac{(A - B) \ x \ N \ x \ 35.450}{Vm}$$

#### Donde:

A= volumen de solución de  $Hg(NO_3)_2$  gastado en la titulación de la muestra, en mL B= volumen de solución de  $Hg(NO_3)_2$  gastado en la titulación del blanco, en mL

N= normalidad de la solución de Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

35.450= Peso equivalente del cloruro, en mg/eq-q

Vm= Volumen de muestra de agua titulada, en mL.

## 4.12.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras tituladas, así como también los de las soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado y rotulado como "residuos de mercurio" y deben disponerse de acuerdo a lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

## 4.12.12 ANEXOS

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

### 4.12.12.1 RECOMENDACIONES

Repita el análisis sobre una dilución de la muestra, en caso de sobrepasar los 10 mL del titulante (Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>).

#### **4.13 HIERRO**

Foto 13. Elementos y equipos (Tubos Nessler y espectrofotómetro UV/VIS) utilizados durante la determinación colorimétrica de hierro total

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoguímico de Aguas.



# 4.13.1 MÉTODO

Colorimétrico (1,10 fenantrolina) (Standard Methods) 3500Fe B

# 4.13.2 FUNDAMENTO TEÓRICO.

En muestras filtradas de aguas superficiales oxigenadas, la concentración de hierro rara vez alcanza 1.0 mg/L. Algunas aguas subterráneas y drenajes superficiales ácidos pueden tener concentraciones apreciables de hierro. Algunas personas pueden detectar un sabor astringente agridulce cuando está presente el hierro en niveles de 1.0 mg/L.

Bajo condiciones reductoras el hierro está como ion ferroso; al ser expuesto al aire o por adición de oxidantes pasa a ion férrico que a su vez puede hidrolizarse a su forma insoluble (óxido férrico hidratado). El ion férrico es significativamente soluble en presencia de iones formadores de complejos y/o a un pH muy bajo.

En las muestras de agua, el hierro se presenta en diferentes formas: en solución verdadera, en estado coloidal, en iones complejos orgánicos o inorgánicos y en partículas suspendidas.

El hierro en las muestras de agua se solubiliza, reduciéndose a ion ferroso por ebullición con ácido e hidroxilamina. Tratándolo posteriormente con 1,10 fenantrolina a un pH de 3,2 a 3,3, se forma el complejo coloreado. Tres moléculas de fenantrolina quelatan cada átomo de ion ferroso y forman un complejo naranjarojizo. La intensidad del color es independiente del pH en un rango de 3 a 9; sin embargo, con un pH entre 2,9 y 3,5 se induce un rápido desarrollo del color, en presencia de un exceso de fenantrolina.

## 4.13.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO.

Entre las sustancias que interfieren en el análisis se encuentran agentes oxidantes fuertes, cianuro, nitritos y fosfatos (polifosfatos más que ortofosfatos), cromo, zinc en concentraciones que excedan 10 veces la concentración del hierro, cobalto y cobre en concentraciones mayores de 5 mg/L y níquel en concentraciones mayores

de 2 mg/L. El bismuto, cadmio, mercurio, molibdato y la plata precipitan la fenantrolina. Al acidular la muestra y someterla a ebullición se degradan los polifosfatos a ortofosfatos y se eliminan cianuros y nitritos. La mayor cantidad de interferencias son muy evidentes cuando se trabajan muestras sintéticas con altos contenidos de metales pesados.

La adición de un exceso de hidroxilamina elimina las interferencias causadas por la concentración excesiva de oxidantes fuertes.

Cuando la concentración de iones metálicos que interfieren es excesiva, se puede utilizar el método de la extracción con éter diisopropílico o isopropílico.

Si la muestra presenta color apreciable, materia orgánica y concentraciones bajas de iones interferentes, es necesario evaporar y calcinar el residuo suavemente en un crisol de sílice, porcelana o platino que haya sido previamente hervido en una mezcla de ácido clorhídrico 1+1, durante varias horas. El residuo calcinado debe ser disuelto con ácido clorhídrico.

Si la muestra contiene un exceso de materia orgánica y de iones que interfieren, es necesario efectuar una digestión antes de la extracción.

# 4.13.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de hierro en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial y aguas subterráneas. Para aguas residuales se recomienda el análisis por espectrometría de absorción atómica, con los correspondientes protocolos para la digestión de las muestras.

## 4.13.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para hierro en aguas potables es de 0,3 mg de Fe/L

### 4.13.6 MATERIALES Y EQUIPOS

#### 4.13.6.1 Materiales.

- Balones aforados de 100 a 1.000 mL
- Vasos de precipitado
- Erlenmevers de 250 mL
- Perlas de ebullición
- Pipetas aforadas y graduadas
- Probetas de 50 mL
- Tubos Nessler de 50 mL
- Papel filtro cualitativo
- Pipeteadores.

# 4.13.6.2 Equipos.

- Balanza analítica
- Agitador magnético
- Plancha de calentamiento

- Espectrofotómetro utilizable a 510 nm
- Campana de extracción

# 4.13.7 REACTIVOS

Los reactivos químicos deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.

- El agua para la preparación de estándares y reactivos en general debe ser d.d.
- Acido clorhídrico concentrado con un contenido de hierro menor de 0,00005%. Es estable indefinidamente mientras esté bien tapado.
- Solución de hidroxilamina. Disuelva 10 g de clorhidrato de hidroxilamina (NH<sub>2</sub>OH.HCl) en 100 mL de agua d.d.
- Solución de permanganato de potasio 0.1N. Disuelva 31.019 g de permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub>) en 1000 mL de agua d.d.
- Solución reguladora de acetato de amonio (NH<sub>4</sub>OOCCH<sub>3</sub>). En un erlenmeyer de un litro disuelva 250 g de NH<sub>4</sub>OOCCH<sub>3</sub> en 150 mL de agua d.d. Adicione 700 mL de ácido acético concentrado (glacial). Al igual que el ácido clorhídrico es estable indefinidamente mientras esté bien tapado. Cada vez que haga esta solución es necesario que prepare nuevamente los patrones de calibración, debido a la presencia de hierro en cantidades no definidas en el reactivo acetato de amonio.
- Solución de acetato de sodio (NH<sub>4</sub>OOCCH<sub>3</sub>). En un vaso de precipitados de 600 mL, disuelva 250 g de NH<sub>4</sub>OOCCH<sub>3</sub>.2H<sub>2</sub>O en agua d.d y lleve a 1 L en un balón aforado.
- Solución de fenantrolina (C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>). En un vaso de precipitados de 150 mL, disuelva 0,100 g de 1,10-fenantrolina monohidratada con 90 mL de agua d.d, agitando y calentando suavemente a 80°C (no deje hervir). Enfríe y transfiera cuantitativamente a un balón aforado de 100 mL. Complete a volumen con agua d.d. Descártela si la solución está opaca. El calentamiento se puede evitar adicionando al agua dos gotas (0,1 mL) de ácido clorhídrico concentrado.
- Solución estándar de hierro (200 mg/L). En un vaso de precipitados agregue 50 mL de agua; lentamente adicione 20 mL de ácido sulfúrico concentrado (98%) y disuelva 1,404 g de sulfato ferroso amónico hexahidratado (Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.6H2<sub>2</sub>O). Adicione solución de permanganato de potasio (KMnO4) gota a gota hasta que persista un color rosado pálido. Transfiera cuantitativamente a un balón aforado de un litro y lleve a volumen con agua d.d. (1,00 mL=0,200 mg Fe).
- Solución patrón de hierro (10 mg/L). Mida con una pipeta aforada 50 mL de solución patrón de hierro de 200 mg/L; transfiera a un balón aforado de un litro parcialmente lleno con agua d.d. y complete a volumen con agua d.d. Solución patrón de hierro (1,0 mg/L). Mida con pipeta aforada 5 mL de solución patrón de hierro de 200 mg/L; transfiera a un balón aforado de un litro parcialmente lleno con agua d.d. y complete a volumen con agua d.d.
- Eter diisopropílico o éter isopropílico. Antes de utilizar este reactivo, le debe realizar la prueba de peróxidos, pues la existencia de estos pueden generar explosiones.

Las soluciones de hidroxilamina y fenantrolina son estables por varios meses.

## 4.13.8 METODOLOGÍA

## 4.13.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

El recipiente en que se ha de recolectar la muestra debe ser lavado con ácido y enjuagado con agua destilada. Recolecte aproximadamente 250 mL de la muestra.

Antes de tomar una alícuota de la muestra para la determinación de hierro, agite fuertemente el recipiente para obtener una suspensión homogénea, cuidando que el hierro coloidal no quede adherido a las paredes del recipiente. Este problema puede ser eliminado utilizando recipientes plásticos.

Para una determinación más precisa del hierro total, recolecte una muestra de agua exclusivamente para la determinación de este analito. Adicione 2 gotas de ácido nítrico concentrado para solubilizar el hierro y prevenir la adsorción o la exposición sobre las paredes del recipiente. Si se desea determinar el hierro soluble, la muestra debe filtrarse a través de una membrana de 0,45 µm al momento de la toma y preservar el filtrado inmediatamente mediante la adición de dos gotas de ácido nítrico concentrado. La muestra debe transportarse y mantenerse en refrigeración a 4°C evitando su congelación hasta el momento del análisis. Una muestra preservada bajo estas condiciones puede almacenarse por un periodo de 6 meses.

### 4.13.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. Preparar patrones de 0,05, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1,0 y 1,5 mg de Fe/L a partir de la solución de 10 mg/L.
- 2. Agite vigorosamente los recipientes que contengan las muestras y/o patrones de calibración. En una probeta, mida 50 mL y transfiera a un erlenmeyer de 250 mL. Si este volumen de muestra tiene más de 2.00 mg de hierro, tome una alícuota y diluya a 50 mL con agua d.d.
- 3. Coloque 50 mL de agua d.d. medida en igual forma en otro erlenmeyer de 250 mL para utilizarla como "blanco".
- 4. Agregue 2 mL de ácido clorhídrico concentrado, 1 mL de hidroxilamina, y las perlas de vidrio necesarias para obtener una ebullición constante a cada uno de los erlenmeyers. Coloque los erlenmeyers sobre una plancha de calentamiento localizada dentro de una cámara de extracción y caliente hasta que hierva moderadamente las soluciones para reducir el volumen a 15 o 20 mL aproximadamente. Evite que la muestra llegue a sequedad. Si esto ocurre, adicione al erlenmeyer 2 mL de ácido clorhídrico concentrado y 5 mL de agua d.d. y disuelva.
- 5. Deje enfriar los erlenmeyers a temperatura ambiente y transfiera cuantitativamente su contenido a tubos de Nessler de 50 mL con lavados sucesivos a los erlenmeyers empleando agua d.d. sin sobrepasar los 35 mL. Si las soluciones presentan exceso de turbiedad o color, filtre por papel cualitativo haciendo los respectivos lavados con agua d.d. sin excederse de los 35 mL.
- 6. A cada tubo Nessler agréguele 10 mL de la solución reguladora de acetato de amonio y 4 mL de fenantrolina. Complete a volumen de 50 mL con agua

d.d. tape herméticamente y homogenice.

- 7. Deje los tubos en reposo durante 15 minutos como mínimo para que se desarrolle totalmente el color.
- 8. Calibre el equipo a 100% de transmitancia (o cero de absorbancia) con el blanco y luego lea las muestras y patrones a 510 nm.

### 4.13.9 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios de 0,2 y 1,0 mg de Fe/L o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

# 4.13.10 RESULTADOS

## 4.13.10.1 CALCULOS

Transforme el dato de porcentaje de transmitancia a absorbancia mediante la siguiente relación.

$$Absorbancia = 2-log\%T$$

Interpole el valor de absorbancia calculada en la curva de calibración, para obtener la concentración de hierro en mg Fe/L.

En caso de dilución aplique la siguiente relación:

Concentración (mg de Fe/L)= 
$$\frac{C \times B}{M}$$

Donde:

C= concentración de hierro en mg/L interpolada en la curva de calibración.

B= factor de corrección por dilución (volumen del tubo Nessler) en mL

M= volumen de muestra tomado para diluir (mL)

## 4.13.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras analizadas, así como también los de las soluciones estándar utilizadas deben neutralizarse y desecharse por el vertedero.

### 4.13.12 ANEXOS.

## 4.13.12.1 RECOMENDACIONES

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata, mascara y guantes). Las digestiones deben realizarse en una campana de extracción.

#### 4.14 SULFATOS



Foto 14. De Izq a Der: Muestra antes y después de la formación del precipitado de sulfato de bario; celda de vidrio, turbidimetro y cronometro utilizados para la determinación de sulfatos.

Fuente: Grupo Salud Ambiental - Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoquímico de Aguas.

4.14.1 MÉTODO: Turbidimétrico (Standard Methods) 4500SO4 E

# 4.14.2 FUNDAMENTO TEÓRICO

Los sulfatos (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) están ampliamente distribuidos en la naturaleza y pueden estar presentes en aguas naturales en un rango de concentraciones de pocos miligramos hasta varios cientos de miligramos por litro.

Los sulfatos están asociados a la dureza del agua en su calidad de permanente y producen en los consumidores una notoria acción catártica, especialmente en presencia de sodio y magnesio.

Para la determinación de ion sulfato por el método turbidimétrico, este se precipita con cloruro de bario ( $BaCl_2$ ) en medio acidificado con ácido acético, para así formar cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme. La luz dispersada por la suspensión de sulfato de bario ( $BaSO_4$ ) es medida en un turbidímetro y la concentración de sulfato ( $SO_4^{2-}$ ) se determina por comparación de la lectura con una curva estándar.

## 4.14.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

El color y/o las grandes cantidades de materia suspendida interfieren en el análisis.

La materia suspendida puede ser retirada por filtración o centrifugación.

Si ambos parámetros son pequeños en comparación con la concentración de So<sub>4</sub><sup>2-</sup>, esta interferencia se puede corregir leyendo blancos a los cuales no se les haya agregado BaCl<sub>2</sub> y restando este valor al resultado de sulfatos.

Concentraciones de sílica mayores de 500 mg/L interfieren. En aguas que contengan grandes cantidades de materia orgánica es posible que no se pueda precipitar satisfactoriamente el BaSO<sub>4</sub>.

La gran mayoría de los iones que se encuentran en aguas potables son iones sulfatos que forman compuestos insolubles con bario bajo condiciones fuertemente ácidas. La determinación se puede hacer a temperatura ambiente pues variaciones en un rango de 100C no causarán error.

# 4.14. 4. ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de sulfatos en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial y aguas subterráneas.

#### 4.14.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para los sulfatos en aguas potables es de 250 mg de  $SO_4^{2-}/L$ .

## 4.14.6 MATERIALES Y EQUIPOS

### 4.14.6.1 Materiales.

- Probetas
- Erlenmeyers
- Pipetas aforadas y graduadas
- Celdas de lectura para el turbidímetro.
- Agitador magnético
- Cuchara medidora con capacidad de 0,2 a 0,3 mg
- Balones aforados
- Membranas de nitrato de celulosa de 0,45 μm

## 4.14.6.2 Equipos

- Balanza analítica
- Turbidímetro.
- Plancha de agitación
- Cronómetro
- Equipo de filtración

### 4.14.7 REACTIVOS

Los reactivos químicos utilizados deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.

- Agua destilada y desionizada (d.d.).
- Solución reguladora A. En un vaso de precipitados de un litro agregue 500 mL de agua d.d. Disuelva 30g de cloruro de magnesio (MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O), 5g de acetato de sodio (NaOOCCH<sub>3</sub>.3H<sub>2</sub>O), 1 g de nitrato de potasio (KNO<sub>3</sub>) y 20 mL de ácido acético (CH<sub>3</sub>COOH) concentrado (99%); transvase cuantitativamente a un balón aforado de un litro y complete a volumen con

- agua d.d.
- Solución reguladora B. Se requiere cuando la concentración de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> es menor de 10 mg/L. En un vaso de precipitados de un litro agregue 500 mL de agua dd. Disuelva 30 g de MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, 5g de NaOOCCH<sub>3</sub>.3H<sub>2</sub>O, 1 g de KNO<sub>3</sub>, 0,111g de sulfato de sodio (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y 20 mL de CH<sub>3</sub>COOH concentrado (99%); transvase cuantitativamente a un balón aforado de un litro y complete a volumen con agua d.d.
- Cloruro de Bario. Cristales de malla 20 a 30. Se produce turbiedad uniforme empleando este rango de mallas y con la solución reguladora adecuada.
- Solución estándar de sulfato. En un vaso de precipitados de 400 mL disuelva 0,1479 g de sulfato de sodio ( $Na_2SO_4$ ) anhidro y lleve a un volumen de un litro en un balón aforado con agua d.d. (1,00 mL = 0,1 mg de  $SO_4^{2-}$ ).

# 4.14.8 METODOLOGÍA

## 4.14.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

La muestra debe ser recolectada en un recipiente de vidrio o polietileno totalmente limpio. Ciertas bacterias reducen el  $SO_4^{\ 2}$  a  $S^2$  en presencia de materia orgánica, por tanto se debe almacenar y transportar la muestra a 4°C evitando su congelación. Bajo estas condiciones, la muestra puede ser almacenada por un periodo de tiempo de 1 mes.

## 4.14.8.2 PROCEDIMIENTO

- Mida en probeta 100 mL de la muestra de agua; transfiera a un erlenmeyer de 250 mL. Agregue 20 ml de solución reguladora (A o B según el caso). Mezcle con agitador magnético hasta homogenizar.
- 2. Mida la turbiedad inicial de la muestra y colóquela de inmediato en agitación suave y constante.
- 3. Adicione una cucharada de cristales de BaCl<sub>2</sub> y comience de inmediato a cronometrar. Agite por 1 minuto a velocidad constante.
- 4. Continúe cronometrando. Transfiera la suspensión resultante a la celda de lectura del turbidímetro.
- 5. Haga la lectura de turbiedad a los  $6 \pm 0.5$  minutos.
- 6. Calcule la concentración de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> en la muestra por comparación de la turbiedad con la curva de calibración obtenida con patrones de concentración conocida.
- 7. Curva de calibración. Prepare patrones en un rango de 0 a 40 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/L(sobrepasar la concentración de 40 mg/L decrece la exactitud y baja la estabilidad de la suspensión del BaSO4). Los patrones de concentración conocida se preparan por dilución de la solución estándar de sulfato (100 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/L) y llevados a un volumen de 100 mL con agua d.d.
- 8. Ejecute el procedimiento descrito y construya la curva de calibración.

#### 4.14.9 CONTROL DE CALIDAD.

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios o secundarios de  $5.0 \text{ y } 15.0 \text{ mg SO}_4^{2-}/\text{L}$  o las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.14.10 RESULTADOS

## 4.14.10.1 CALCULOS

Turbiedad neta = Tn = TL = Ti

Donde:

TL= turbiedad leída para la muestra o patrón (UTN)

Ti=Turbiedad inicial leída para la muestra antes de adicionar el BaCl<sub>2</sub>

El valor de turbiedad neta se interpola en la curva de calibración realizada y se calcula la concentración de sulfatos en la mezcla.

Para diluciones aplique la siguiente relación:

$$C_R (mg \ de \ SO_4^{2-}/L) = C_1 \ x \ \frac{V_F}{V_A}$$

CR= concentración real de la muestra en mg de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/L

Ci= concentración interpolada en la curva de calibración

VF= volumen final al cual se llevó la dilución (mL)

VA= volumen de la alícuota tomada (mL)

# 4.14.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras analizadas, así como también de los estándares preparados para la curva de calibración deben recolectarse en un contenedor apropiado y rotulado como "residuos de metales pesados". Dichos residuos deben disponerse de conformidad con lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

## 4.14.12 ANEXOS.

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata y guantes).

#### 4.14.12.1 RECOMENDACIONES

- Ajuste la temperatura de las muestras y de los patrones entre 20 y 25°C, para obtener reproducibilidad en los resultados.
- Construya la curva de calibración cada vez que prepare reactivos nuevos.

#### 4.15 NITRITOS

Foto 15. Escaneo de longitud de onda en espectrofotómetro UV/VIS para la determinación de nitritos.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoquímico de Aguas.



# 4.15.1 MÉTODO:

Colorimétrico (N-(1-naftil)-etilendiamina) (Standard Methods)4500 NO2 B

## 4.15.2 FUNDAMENTO TEÓRICO

Los nitritos (NO<sub>2-</sub>) son determinados a través de la formación de un color rojo purpura producido a pH 2,0 a 2,5 por reacción de diazotación de la sulfanilamida con clorhidrato de N-(1-naftil)-etilendiamina.

El rango de aplicación del método para medidas espectrofotométricas es entre 10 a 1000  $\mu$ g NO<sub>2-</sub>N/L, con lecturas a una longitud de onda de 543 nm, altas concentraciones de NO<sub>2-</sub>N pueden determinarse por dilución.

# 4.15.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

Se presenta incompatibilidad química entre el nitrito, cloro y tricloruro de nitrógeno. La presencia del tricloruro de nitrógeno imparte una coloración falsa positiva. Los siguientes iones en las condiciones de análisis:  ${\rm Sb}^{3+}$ ,  ${\rm Au}^{3+}$ ,  ${\rm Bi}^{3+}$ ,  ${\rm Fe}^{3+}$ ,  ${\rm Pb}^{2+}$ ,  ${\rm Hg}^{2+}$ ,  ${\rm Ag}^{4-}$ , cloroplatinato (PtCl $_{\rm 6}^{2-}$ ) y metavanadato (VO $_{\rm 3}^{2-}$ ). El ión cúprico genera bajos resultados por descomposición del complejo AZO. Muestras coloreadas generan interferencia. Se recomienda filtrar todas las muestras a través de membranas 0,45µm para minimizar el anterior efecto debido a la presencia de partículas en suspensión.

# 5.15.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de nitritos en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial.

### 4.15.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para nitritos como NO<sub>2</sub> en aguas potables es de 0,1 mg de NO<sub>2</sub>/L.

#### 4.15.6 MATERIALES Y EQUIPOS

#### 4.15.6.1 Materiales

- Balones aforados de 100 a 1.000 mL
- Vasos de precipitado
- Erlenmeyers de 250 mL
- Pipetas aforadas 50 mLy graduadas 5 mL
- Probetas de 50 mL
- Membranas de filtración 0,45µm de tamaño de poro.
- Pipeteadores

# 4.15.6.2 Equipos

- Balanza analítica
- Cronometro
- Espectrofotómetro Visible con longitud de onda a 543nm.
- Celdas de vidrio o cuarzo.

## 4.15.7 REACTIVOS

Los reactivos químicos deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.

- El agua para la preparación de estándares y reactivos en general debe ser d.d.
- Reactivo de coloración. A 800 mL de agua adicione 100 mL de ácido fosfórico y 10 g de sulfanilamida agite hasta total disolución, posteriormente 1 g de clorhidrato de N-(1-naftil)-etilendiamina, mezcle y disuelva, lleve a un balón aforado de 1000 mL. La solución es estable por un mes, empáquela en un recipiente ámbar y refrigere. Nota: si después del uso constante la solución toma coloración rosada descártela y prepare una fresca.
- Solución Stock de nitrito. Disuelva 1,2320 g de NaNO<sub>2</sub> grado reactivo analítico en agua y lleve a 1000 mL en balón aforado, esta solución tiene un concentración de 250 mg/L NO<sub>2</sub>-N. Preserve con 1 mL de cloroformo.
  - Nota: tenga en cuenta la pureza del reactivo de partida.
- Solución Intermedia de nitrito. A partir de la solución Stock prepare un patrón de 10 mg/L de NO<sub>2</sub>N. NOTA: Esta solución debe prepararse diariamente.

# 4.15.8 METODOLOGÍA

### 4.15.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

El recipiente en que se ha de recolectar la muestra debe estar previamente enjuagado con agua destilada. Recolecte aproximadamente 250 mL de la muestra.

En el sitio de toma de muestra, purgue con la muestra al menos tres veces, el recipiente puede ser de plástico o vidrio, la muestra puede provenir de un muestreo compuesto o puntual, llene completamente el recipiente sin dejar espacio de aire y lleve a refrigeración.

Analice lo más rápido posible, al menos antes de 48 horas.

## 4.15.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. Preparar patrones de 0,001, 0,003, 0,005 0,010, 0,015, 0,025, 0,050, 0,075, 0,100, y 0,250 mg de  $NO_2$ N a partir de la solución de 10 mg/L de  $NO_2$ N si dispone de celdas de 1 cm de paso.
- 2. Prepare los siguientes patrones si trabaja con un patrón de 10 ppm de  $NO_2$  y celda de paso óptico de 1 cm: 0,005, 0,010, 0,025, 0,040, 0,10, 0,20, 0,30, 0,40, 0,50, 0,75 mg/L de  $NO_2$ .
- 3. Recuerde que la expresión de los resultados NO<sub>2</sub>N y NO<sub>2</sub> son diferentes.
- 4. Si la muestra presenta sólidos en suspensión elimínelos por filtración a través de membrana 0,45µm.
- 5. Deje atemperar la muestra, si el pH de la muestra no está entre 5 y 9, ajústelo al rango de trabajo por adición de HCl 1N o NH₄OH.
- Tome 50 mL de muestra y adicione 2 mL de reactivo de coloración NEDA y mezcle.
- 7. Permita el desarrollo de color entre 10 min y 2 horas después de la adición del reactivo de coloración, lea la absorbancia a 543 nm.
- 8. Lleve a cero de absorbancia con agua d.d y lea las muestras y patrones.
- 9. Nota: es aconsejable tomar un tiempo constante de reacción entre 10 min y 2 horas, para leer muestras y patrones

### 4.15.9 CONTROL DE CALIDAD.

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios de 0,010 y 0,10 mg/L de  $\mathrm{NO_{2}}$ N, ó 0,025 y 0,50 mg/L  $\mathrm{No_{2}}$  o trabaje con las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidas para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

### 4.15.10 RESULTADOS

#### 4.15.11 CALCULOS

Transforme el dato de porcentaje de transmitancia a absorbancia mediante la siguiente relación.

$$Absorbancia = 2-log\%T$$

Interpole el valor de absorbancia calculada en la curva de calibración, para obtener la concentración de nitrito en mg NO<sub>2</sub>-N/L o mg NO<sub>2</sub>/L.

En caso de dilución aplique la siguiente relación:

Concentración (mg de Nitrito/L)= 
$$\frac{C \times B}{M}$$

### Dónde:

C= concentración de nitrito en mg/L de NO<sub>2-</sub>N ó NO<sub>2</sub> interpolada en la curva de calibración

B= factor de corrección por dilución en mL

M= volumen de muestra tomado para diluir (mL)

# 4.15.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras analizadas, así como también los de las soluciones estándar utilizadas deben neutralizarse y desecharse por el vertedero.

### 4.15.12 ANEXOS

## 4.15.12.1 RECOMENDACIONES

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata, mascara y guantes). Las digestiones deben realizarse en una campana de extracción.

#### 4.16 NITRATOS

Foto 16. Espectrofotómetro UV/VIS utilizado en la determinación de nitratos.

Fuente: Grupo Salud Ambiental -Subdirección Red Nacional de Laboratorios - Laboratorio Fisicoguímico de Aguas.



4.16.1 MÉTODO: Espectrofotometría UV-Vis (Standard Methods) 4500 NO3 B

# 4.16.2 FUNDAMENTO TEÓRICO

La determinación de nitratos (NO<sub>3-</sub>) en muestras de agua normalmente es difícil debido a la complejidad de los procesos requeridos para su análisis, a la alta probabilidad de que se presenten interferencias y a las limitaciones en los rangos de concentración de las diferentes técnicas disponibles.

La metodología espectrofotométrica funciona normalmente en muestras que presentan contenidos normalmente bajos de materia orgánica, como por ejemplo aguas naturales poco contaminadas y aguas para consumo humano.

La medición de la absorbancia a 220 nm permite una determinación rápida de los nitratos, sin embargo, debido a que la materia orgánica disuelta presenta valores de absorbancia a 220 nm y no absorbe a 275 nm, se realiza una segunda medición de absorbancia a 275 nm para corregir el valor. El alcance de esta corrección de carácter empírico está estrechamente relacionado con la naturaleza y concentración de materia orgánica en el agua y varia de un tipo de agua a otro. En consecuencia, este método no es recomendado si es necesario realizar una corrección significativa en la absorbancia debido a la presencia de cantidades altas de materia orgánica, aunque es útil en cuerpos de agua que presenten tipos constantes de materia orgánica. La filtración de la muestra tiene como finalidad remover las posibles interferencias derivadas de la presencia de solidos suspendidos. La acidificación con ácido clorhídrico 1 N está diseñada para prevenir las interferencias debidas a las concentraciones de hidróxido o carbonato presentes hasta 1000 mg/L.

# 4.16.3 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

La materia orgánica disuelta, tensoactivos, nitritos y el Cr<sup>6+</sup> causan interferencias. Algunos iones inorgánicos que normalmente no se encuentran en aguas naturales, tales como el clorito y clorato, pueden interferir. Las sustancias inorgánicas pueden compensarse haciendo análisis independientes de dichos analitos y posterior preparación de curvas corregidas.

## 4.16.4 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de nitratos en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, en general que contengan cantidades bajas de materia orgánica. Para aguas residuales se recomienda el análisis por cromatografía iónica, con los correspondientes protocolos para la digestión de las muestras.

## 4.16.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la Resolución 2115 de 22 junio de 2007, el valor máximo admisible para hierro en aguas potables es de 10 mg de NO<sub>3</sub>/L.

## 4.16.6 MATERIALES Y EQUIPOS.

#### 4.16.6.1 Materiales.

Balones aforados de 100 a 1.000 mL Vasos de precipitado Pipetas aforadas y graduadas Probetas de 50 mL Papel filtro cualitativo Pipeteadores.

# 4.16.6.2 Equipos.

Balanza analítica Espectrofotómetro UV-Vis a 220 nm y 275nm Celda de cuarzo de 10 mm

### 4.16.7 REACTIVOS

Los reactivos químicos deben ser de grado analítico y con su respectivo certificado de análisis. En caso de utilizar patrones certificados estos deben tener su respectivo certificado de trazabilidad.

- El agua para la preparación de estándares y reactivos en general debe ser d d
- Solución de Acido clorhídrico 1 N. Es estable indefinidamente mientras esté bien tapado.
- Solución stock de nitratos. Seque nitrato de potasio (KNO<sub>3</sub>) a 105 °C por 24 horas y luego deje enfriar en un desecador. Disuelva 0,7278 g de dicho reactivo en agua dd y lleve a un volumen final de 1000 mL. Esta solución tiene una concentración de 100 ppm de NO<sub>3-</sub>N. Dicha solución puede preservarse con 2 mL de Cloroformo/L. Esta solución es estable por un periodo de 6 meses.
- Solución intermedia de nitratos. Disuelva 100 mL de solución stock de nitratos en 1000 mL de agua dd. Esta solución tiene una concentración de 10 ppm de NO<sub>3-</sub>N. Dicha solución puede preservarse con 2 mL de Cloroformo/L. Esta solución es estable por un periodo de 6 meses.

# 4.16.8 METODOLOGÍA

## 4.16.8.1 RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LA MUESTRA

El recipiente en que se ha de recolectar la muestra debe ser lavado con ácido y enjuagado cuidadosamente con agua destilada. Recolecte aproximadamente 100 mL de la muestra. La muestra debe transportarse y mantenerse bajo refrigeración a 4 °C (evitando su congelación) hasta el momento del análisis.

Las muestras tomadas de esta manera y conservadas de esta forma pueden analizarse en un periodo máximo de 48 horas. Para muestras que se encuentren cloradas (aguas para consumo humano) la estabilidad de la muestra es de 28 días.

#### 4.16.8.2 PROCEDIMIENTO

- 1. Preparar soluciones estándar de nitrato de 0.0 a 7.0 mg de NO<sub>3-</sub>N/L a partir de la solución intermedia de 10 mg/L.
- 2. Tome una alícuota de 50 mL de estándar y adiciónele 1 mL de solución de ácido clorhídrico 1 N. Agite vigorosamente.
- 3. Calibre el equipo a 100% de transmitancia (o cero de absorbancia) con el blanco y luego lea las muestras y patrones a 220 y 275 nm. Para las lecturas utilice la celda de cuarzo.
- 4. Lea la absorbancia a 220 nm y a 275 nm de cada uno de los estándares y del blanco.
- 5. Para las muestras repita el mismo procedimiento. Si la muestra presenta algún tipo de turbiedad es necesario filtrarla previo a la adición del ácido.

### 4.16.9 CONTROL DE CALIDAD.

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios de 1 y 4 mg de NO<sub>3-</sub>N/Lo las concentraciones que el laboratorio internamente tenga establecidos para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

#### 4.16.10 RESULTADOS

### 4.16.10.1 CALCULOS

La respuesta instrumental debida a los nitratos se calcula de la siguiente manera:

$$Respuesta\ Equipo = A220 - 2A\ 275$$

Grafique la respuesta del equipo vs. concentración de nitratos de los estándares preparados. Realice el análisis de regresión lineal e interpole la respuesta obtenida para las muestras en dicha curva de calibración.

# 4.16.11 DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos de las muestras analizadas, así como también los de las soluciones estándar utilizadas deben neutralizarse y desecharse por el vertedero.

### 4.16.12 ANEXOS.

### 4.16.12.1 RECOMENDACIONES

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (gafas, bata, mascara y guantes). Las digestiones deben realizarse en una campana de extracción.

# Capitulo V Referencias Bibliográficas



APHA, AWWA, WEF, "Standar Methods for the examination of water & waste water", 21st Edition, Centennial Edition, Washintong D.C, 2005.

BRAND GMBH + CO KG; Folleto "información sobre la medición de volumen". Disponible en http://www.brand.de/es/descargas-supporte/informacion-sobre-el-producto/folletos-de-nuestros-productos/ (consultado en noviembre de 2011).

Nava Tovar Gerardo, Vargas Armando; "Manual de Instrucciones para la Toma, Preservación y Transporte de Muestras de Agua de Consumo Humano para Análisis de Laboratorio"; Grupo Salud Ambiental "Jaime Eduardo Ortiz Varón", Subdirección Red nacional de Laboratorios. Instituto Nacional de Salud, Bogotá D.C., 2011, ISBN 978 958 13 0147 8

Navarro Giménez, Inmaculada; "El Papel del Laboratorio en el Control Sanitario de Aguas de Consumo"; Higiene y salud Ambiental, 8: 303-309, 2008.

Ortiz Varón JE, Rodríguez Gárnica E, Peñaranda Canosa SA "Análisis de agua para consumo humano". Subdirección de Epidemiología y Laboratorio Nacional de referencia, Instituto Nacional de Salud, Santa Fe de Bogotá D.C., 1999.

Romero j, Beltrán Ospina T, Moncada R. LM, Pérez H. T. "Buenas Prácticas de Laboratorio Un modelo de gestión de calidad y evaluación de la competencia de los laboratorios de pruebas y ensayos"; USAID/programa MIDAS, Primera Edición, Bogotá D.C., 2010.

World Health Organization, "Guidelines for Drinking-water Quality", 1.Potable water - standards. 2.Water - standards. 3.Water quality - standards. 4.Guidelines. fourth edition I© World Health Organization 2011,ISBN 978 92 4 154815 1 (NLM classification: WA 675).