

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE ALIMENTOS



**Elaboración y aplicación de metodologías analíticas e instrumentales para la cuantificación de parámetros fisicoquímicos en agua y su aplicación en el laboratorio de Ingeniería Química,
FIA / UES**

PRESENTADO POR:

**CARLA MARÍA ELIZABETH AGUIRRE CHAVARRÍA
ENRIQUE OCTAVIO GONZÁLEZ GUIDOS
HÉCTOR LEONEL GUERRERO GRANADEÑO**

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

CIUDAD UNIVERSITARIA, FEBRERO 2015

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR :

ING. MARIO ROBERTO NIETO LOVO

SECRETARIA GENERAL :

DRA. ANA LETICIA ZA VALETA DE AMAYA

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

DECANO :

ING. FRANCISCO ANTONIO ALARCÓN SANDOVAL

SECRETARIO :

ING. JULIO ALBERTO PORTILLO

**ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA E INGENIERÍA DE
ALIMENTOS**

DIRECTORA :

ING. TANIA TORRES RIVERA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

FACULTAD DE INGENIERIA Y ARQUITECTURA

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE ALIMENTOS

Trabajo de Graduación previo a la opción al Grado de:

INGENIERO QUÍMICO

Título :

Elaboración y aplicación de metodologías analíticas e instrumentales para la cuantificación de parámetros fisicoquímicos en agua y su aplicación en el laboratorio de Ingeniería Química, FIA / UES

Presentado por :

**CARLA MARÍA ELIZABETH AGUIRRE CHAVARRÍA
ENRIQUE OCTAVIO GONZÁLEZ GUIDOS
HÉCTOR LEONEL GUERRERO GRANADEÑO**

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docente Asesor :

ING. ÁLVARO JOSUÉ AMAYA ARÉVALO

San Salvador, febrero 2015

Trabajo de Graduación Aprobado por:

Docente Asesor :

ING. ÁLVARO JOSUÉ AMAYA ARÉVALO

AGRADECIMIENTOS

“Ten en vista la cima, pero no te pierdas el paisaje”. Mirar atrás y recordar lo que me ha llevado hasta aquí, me demuestra que no sólo obtuve lo que necesitaba, sino que coincidió con lo que quería, porque cada momento, me convirtió en lo que soy ahora. Y aún mejor, sabiendo que hay quienes sostuvieron mi mano aun cuando pensaba que no podía continuar y me dieron alas para seguir soñando, a quienes nunca dejaré de agradecerles por haber estado allí para mí:

A Dios, a la estrella de la mar, al gran timonel y al viejo lobo de mar, que han sido mi pilar a lo largo de mi vida.

A mis papás y a mis hermanos, que estando cerca o lejos, siempre me han apoyado en cada decisión que he tomado, dejándome luchar por lo que quería. Gracias por inspirarme a no rendirme, que debo creer en mí misma y que puedo aspirar a todo lo que se me ocurra soñar.

A mi sobrina que vino a darnos un nuevo sentido de vida a la familia.

A mis mejores amigos, que me ayudaron a encontrarle equilibrio a mi vida, a enseñarme que debo ser fiel a mi propia voz y que lo importante no es la cantidad, sino la calidad de tiempo que pasas con las personas.

A mis hermanos y acompañantes de comunidad Rivat, que con risas, llantos, peleas, desastres....y en especial comida, hemos crecido juntos como personas. Porque aprendí que no estoy sola en el juego.

A mis compañeros de universidad y mis compañeros de tesis, porque nos convertimos en psicólogos, chefs, adictos al café, atletas, administradores, organizadores, cantantes, huéspedes y posaderos....nos convertimos en familia, me dieron fuerza toda la carrera y no dejaron que me diera por vencida.

A los catedráticos de la EIQA, en especial al Ing. Álvaro Amaya y a la Ing. Cecilia de Flamenco que nos han acompañado durante este proceso.

Gracias porque este sueño llega a su fin, pero marca el inicio de otro sueño a perseguir.

Carla María Elizabeth Aguirre Chavarría

“Aquellos caminos más largos y que más esfuerzo te suponen, son en la meta los más satisfactorios”. Cada momento vivido a lo largo de nuestra vida nos supone siempre una meta, un propósito, un objetivo que alcanzar el cual crece y llega hasta donde nosotros decidamos llevarlo, en la vida nos enseñan muchas cosas, desde que nacemos vamos levantándonos poco a poco y vamos escogiendo nuestros propios caminos, y esto es lo que nos lleva a ser como lo que somos hoy en día. Cuando en cada uno de nuestros días siempre existe una luz que nos muestra el camino, es cuando más motivados nos sentimos a realizar nuestras metas y es cuando más orgullosos estamos de las personas que Dios nos puso en nuestro camino:

Agradecimientos especiales:

A Dios que es nuestro padre todopoderoso creador de todo lo visible y lo invisible, por todas las fuerzas que puso en mi corazón y mente para culminar esta importante etapa de mi vida, que proporcionó en mi todas y cada una de las fortalezas que siempre me caracterizaran, que al saber explotarlas serán la clave del éxito.

A mi familia, especialmente a mi madre, que desde el primer día fijó en su corazón la meta de llevarme lejos y demostrarme que los únicos obstáculos de la vida son los pensamientos propios, luchadora hasta el final, sobretodo el gran apoyo que cualquier hijo necesita para poder seguir adelante; a mis hermanos por el apoyo recibido en cada etapa de mi carrera y sobre todo por la paciencia y el cariño incondicional.

A mis compañeros de tesis y amigos por todos los esfuerzos realizados en cada etapa, por todas las anécdotas vividas, por todos los buenos y malos entendidos, por todos los momentos compartidos, sobre todo por la paciencia y la fortaleza ante todas las dificultades experimentadas.

Agradecimientos especiales a Noé Alvarado, porque siempre estuvo presente en cada etapa de mi vida compartiendo los momentos de risas y llanto, dándome ánimos y llevando en sus oraciones.

A todos los catedráticos de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, por los conocimientos, habilidades y virtudes adquiridas a lo largo de la carrera, por la paciencia, la ayuda, sobre todo por el amor que cada uno de ellos pone en la formación de nuevos profesionales.

Al final del túnel siempre tenemos nuevas metas, nuevos objetivos y sobretodo nuevos sueños que cumplir.

“Confía en ti mismo para conseguir tus objetivos. La espera puede hacerse larga, pero todo esfuerzo tiene su recompensa”

Enrique Octavio González Guidos.

A DIOS, por regalarme la Vida, por guiar mis pasos cada día, por estar conmigo cada momento, por tantas bendiciones, por los triunfos, por los fracasos y por permitir cumplir uno de mis sueños...obtener mi Título de Ingeniero.

A MIS PADRES, Roberto Guerrero y Haydee Granadeño, todo se los debo a ellos, tengo tanto porque agradecerles, si no hubiese sido por sus sacrificios, consejos, oraciones, comprensión, ejemplo y todo el apoyo que me han brindado en el transcurso de toda mi vida, mis metas y mi sueño de ser un Profesional no la hubiera podido conseguir.....es por ello que este triunfo es por y para ellos.

A MI HERMANO, Eduardo Roberto Guerrero por su apoyo incondicional, por ayudarme a salir adelante todos estos años y por estar ahí siempre que lo he necesitado.

A MI FAMILIA EN GENERAL a mis tías, mis tíos, primas a todos de verdad muchas gracias por estar ahí pendientes de mí, pendientes de que no me faltase nada, por ayudarme a cumplir mi meta. Dedicatoria especial para mi abuelo Lorenzo, Abuela Herminia y tío Raúl, que desde el cielo han de estar viendo los triunfos de todos los miembros de la familia.

A MI GRUPO DE TESIS, por su paciencia con mi persona y por todo el esfuerzo que dieron para completar esta última etapa de la carrera que emprendimos juntos.

Héctor Leonel Guerrero Granadeño

INDICE

Contenido	
INTRODUCCION.....	i
RESUMEN.....	iii
GENERALIDADES DEL ESTUDIO.	1
OBJETIVOS.....	2
ALCANCES.....	4
OBSERVACIONES.....	5
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	6
IMPORTANCIA DEL ESTUDIO	7
JUSTIFICACION.....	8
CAPITULO I: MARCO TEORICO	10
1.1 El agua.....	11
1.1.1 Propiedades físicas y químicas	12
1.2 El agua en El Salvador.	13
1.2.1 Antecedentes del agua en El Salvador	13
1.2.2 Calidad de las aguas en El Salvador	16
1.2.2.1 Agua superficial.	16
1.2.2.1.1 Calidad del recurso superficial.	16
1.2.2.1.2 Impacto de los contaminantes en la calidad de las aguas superficiales	17
1.2.2.2 Aguas subterráneas.....	18
1.2.2.3 Red potable.....	20
1.2.3 Análisis químico de aguas para usos industriales.	21
1.2.4 Cumplimiento de normativa.....	24
1.3 Parámetros de análisis de agua	27
1.3.1 Turbidez	27
1.3.1.1 Límite de turbidez del agua para consumo humano.....	29
1.3.2 Conductividad.....	29
1.3.3 pH.....	31
1.3.3.1 Métodos de determinación del pH.....	32

1.3.3.2	El electrodo de pH.....	33
1.3.4	Dureza.....	33
1.3.4.1	Tipos de dureza.....	34
1.3.4.2	Unidades de dureza.....	34
1.3.5	Alcalinidad.....	35
1.3.6	Sólidos disueltos totales o salinidad.....	37
1.3.7	Total de sólidos en suspensión.....	38
1.3.7.1	Determinación del total de sólidos en suspensión.....	38
1.3.8	Acidez mineral.....	39
1.3.9	Residuo seco.....	41
1.3.10	Cloruros.....	42
1.3.11	Sulfatos.....	43
1.3.12	Nitritos y nitratos.....	44
1.3.13	Fosfatos.....	46
1.3.14	Oxígeno disuelto.....	48
1.3.15	Potasio.....	48
1.3.16	Calcio.....	49
1.3.17	Magnesio.....	49
1.3.18	Hierro.....	50
1.3.19	Manganeso.....	52
1.3.20	Amonio.....	53
1.3.21	Níquel.....	53
1.3.21.1	Efectos del níquel sobre la salud.....	55
1.3.22	Sulfuros.....	56
1.3.23	Hidrocarburos totales en agua.....	57
1.3.24	Demanda teórica de oxígeno.....	58
1.3.25	Demanda química de oxígeno: DQO.....	59
1.3.26	Demanda bioquímica de oxígeno: DBO.....	60
1.3.27	Demanda total de oxígeno: DTO.....	62
1.4	Técnicas analíticas para análisis químicos de aguas.....	64
1.4.1	Métodos gravimétricos.....	64

1.4.1.1	Estequiometría.....	64
1.4.2	Análisis volumétrico	66
1.4.2.1	Valoraciones complejométricas	71
1.4.2.1.1	Formación de complejos.....	71
1.4.2.1.2	Valoraciones con ácidos aminocarboxílicos.....	71
1.4.2.1.3	Ácido etilendiaminotetraacético (EDTA).....	71
1.4.2.1.4	Detección del punto final.....	72
1.4.2.2	Valoraciones por precipitación.....	73
1.4.2.2.1	Curvas de valoración por precipitación en las que participa el ion plata.....	73
1.4.2.2.2	Indicadores en valoraciones argentométricas	73
1.4.2.2.3	Mediante empleo de indicadores químicos.....	73
1.4.2.2.4	Ion Cromato: Método de Mohr.....	74
1.4.2.2.5	Ion hierro (III): Valoración por el método de Volhard.....	75
1.4.2.3	Valoración de neutralización.....	76
1.4.2.3.1	Fundamentos de los cálculos en titulometría.....	79
1.5	Técnicas instrumentales para análisis químicos de agua.....	80
1.5.1	Espectrofotometría de absorción ultravioleta–visible.....	80
1.5.1.1	Fundamento de la absorción.....	81
1.5.1.2	Ecuación de Lambert-Beer	83
1.5.1.3	Aplicaciones	84
1.5.1.4	Instrumentación.....	85
1.5.2	Métodos colorimétricos.....	88
1.5.2.1	Tipos de filtros.....	88
1.5.3	Métodos potenciométricos	90
1.5.3.1	Electrones de iones selectivos	91
1.5.4	Método turbidímetricos.....	94
1.5.4.1.1	Fuente de luz.....	96
1.5.4.1.2	Detectores	97
1.5.4.1.3	Diseño general de un sistema para la medición de turbidez	99
1.6	Equipos para análisis químicos.	100
1.6.1	Multiparámetro marca Oakton, modelo 501	100

1.6.2	Espectrofotómetro ultravioleta visible marca Shimadzu, modelo uv1800	101
1.6.3	Multiparámetro marca Hanna, modelo 9828	102
1.6.4	Fotómetro portátil de turbidez, Cl ₂ libre y total, pH, Br, I, Cys y Fe r. bajo C 102 - 93102, Hanna	102
1.6.5	Hi 98129 medidor de pH, EC/TDS & temperatura resistente al agua	103
1.6.6	Multiparámetro portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ conductividad/oxígeno disuelto	104
1.6.7	Labquest Vernier.....	105
1.7	Validación Estadística.	106
1.7.1	Diseño de la validación.....	107
1.7.2	Alcance de la validación	108
1.7.3	Características a evaluar.....	110
1.7.3.1	Selectividad/Especificidad	111
1.7.3.2	Robustez	112
1.7.3.3	Linealidad.....	112
1.7.3.4	Límite de detección (LD)	113
1.7.3.5	Límite de cuantificación (LQ).....	114
1.7.3.6	Sensibilidad	114
1.7.3.7	Precisión	114
1.7.3.8	Reproducibilidad	115
1.7.3.9	Veracidad (Sesgo)	116
1.7.3.10	Incertidumbre.....	117
1.7.3.11	Exactitud (veracidad + precisión).....	118
CAPÍTULO II: CONTEXTO REGIONAL, NACIONAL Y LOCAL DE LOS LABORATORIOS DE ANALISIS QUIMICOS DE AGUAS		119
2.1	Laboratorios de análisis químico de aguas a nivel nacional.....	120
2.2	Laboratorios de análisis químico de aguas en la Universidad de El Salvador.	124
2.2.1	CENSALUD	124
2.2.2	Centro de Investigaciones y Aplicaciones Nucleares (CIAN).....	125
2.2.3	Laboratorio fisicoquímico de aguas, Facultad de Química y Farmacia, Universidad de El Salvador	126
2.2.4	Departamento suelos y recursos naturales (Facultad de Agronomía).....	128

CAPITULO III: METODOLOGIA DE MUESTREO Y CADENA DE CUSTODIA DE LAS MUESTRAS.	130
3.1 Proceso de selección de las muestras de agua a analizar.....	131
3.1.1 Operaciones más importantes en el muestreo y tratamiento de la muestra.....	131
3.1.2 Requisitos el muestreo básico	132
3.1.2.1 Proceso de obtención de muestras.....	132
3.2 Muestreo de agua potable.....	133
3.2.1 Etapas a seguir en muestreo de agua potable	133
3.3 Muestreo de aguas residuales y naturales.....	135
3.3.1 Etapas a seguir en muestreo de guas naturales y residuales.....	135
3.3.1.1 Definición del plan de muestreo	135
3.3.1.2 Conservación y almacenaje.....	137
3.4 Protocolo de muestreo, transporte y conservación de muestras de agua con fines múltiples	138
3.4.1 Material de campo.....	138
3.4.2 Envase	139
3.4.3 Procedimiento	140
3.4.3.1 Identificación del sitio de la toma de muestra.....	140
3.4.3.2 Información requerida.....	141
3.4.3.3 Rotulado de las muestras:	142
3.4.3.4 Toma de muestra para análisis físico-químico.....	142
3.4.3.4.1 Precauciones para la toma de la muestra en función de su origen.	142
3.4.3.5 Acondicionado y transporte de la muestra.....	142
3.4.3.5.1 Para análisis físico-químicos	142
CAPÍTULO IV: PROPUESTA DE PROTOCOLOS DE ANALISIS QUIMICOS DE AGUA.....	144
4.1 Matriz de parámetros y métodos utilizados en el análisis fisicoquímico de agua.....	145
CAPÍTULO V: VALIDACION Y ANALISIS ESTADISTICO.....	148
5.1 Análisis estadístico del método	149
5.1.1 Límite de detección y cuantificación	149
5.1.1.1 Metodología	149
5.1.1.2 Criterios de aceptación.....	152

5.1.1.3 Análisis del límite de detección.....	152
5.1.1.4 Estimación del límite de detección.....	153
5.2 Análisis estadístico de las muestras.....	153
5.2.1 Aspectos generales.....	153
5.2.2 Cálculo de incertidumbre mediante el criterio Eurachem.....	155
CAPÍTULO VI: ANALISIS DE RESULTADOS.....	156
6.1 Lugar de muestreo.....	157
6.2 Ejemplo de cálculo de medidas de dispersión y coeficiente de variación.....	159
6.3 Ejemplo de cálculo de determinación del grado de coincidencia entre el valor obtenido de una serie de resultados y un valor de referencia aceptado.....	161
6.4 Tablas de resultados.....	163
6.5 Comparación con normativas nacionales.....	176
CONCLUSIONES.....	177
OBSERVACIONES FINALES.....	178
RECOMENDACIONES.....	181
BIBLIOGRAFÍA.....	184
ACRÓNIMOS.....	190
GLOSARIO DE TÉRMINOS.....	192
ANEXOS.....	197
Anexo 1: Parámetros para procesos industriales.....	197
Anexo 2: Parámetros norma NSO 13.07.01:08.....	204
Anexo 3: Material práctico.....	209
Anexo 4: Fotografías de lugares de muestreo.....	210
Anexo 5: Manual de procedimientos analíticos e instrumentales para análisis fisicoquímicos en agua.....	214

INDICE DE TABLAS

Tabla 1-1: Propiedades físicas y químicas del agua.....	12
Tabla 1-2: Parámetros de calidad de agua deseables para actividades recreativas establecidas... 24	
Tabla 1-3: Parámetros de calidad de agua deseables para actividades de riego según el decreto N°51 del 16 de noviembre de 1987.....	25
Tabla 1-4: Límites para obras sanitarias de vertidos en aguas negras del decreto 50 (1987) en los art. 80-87	26
Tabla 1-5: Sólidos de las aguas residuales industriales	27
Tabla 1-6: Normas deseables para aguas crudas superficiales que solamente requieren sistemas convencionales de tratamiento	27
Tabla 1-7: Fuentes de níquel.....	55
Tabla 1-8: Contenido de DBO5 según tipo de agua	62
Tabla 1-9: Indicadores que se utilizan generalmente soluciones alcohólicas	80
Tabla 1-10: Características técnicas de equipo espectrofotometría de absorción ultravioleta–visible.....	81
Tabla 1-11: Análisis cualitativo y análisis cuantitativo	85
Tabla 2-1: Laboratorios de análisis químico de aguas a nivel nacional.....	120
Tabla 2-2: Ensayos acreditados por la OSA para agua potable de la Facultad de Química y Farmacia.....	128
Tabla 4-1: Matriz de parámetros y métodos utilizados en el análisis fisicoquímico de agua.	146
Tabla 5-1: Límite de detección y cuantificación.....	151
Tabla 6-1: Especificaciones pozos	158
Tabla 6-2: Especificaciones río Suquiapa.....	158
Tabla 6-3: Datos experimentales de calcio	160
Tabla 6-4: Datos Experimentales de Cloruros	161
Tabla 6-5: Ejemplo de resultado valor de sesgo	161
Tabla 6-6: Resultados de parámetros para muestra SA04	163
Tabla 6-7: Resultados de parámetros para muestra SA04	163
Tabla 6-8: Resultados de parámetros para muestra SA18	164
Tabla 6-9: Resultados de parámetros para muestra SA18	164
Tabla 6-10: Resultados de parámetros para muestra GRANJA.....	165
Tabla 6-11: Resultados de parámetros para muestra GRANJA.....	166
Tabla 6-12: Resultados de parámetros para muestra SUQUI	166
Tabla 6-13: Resultados de parámetros para muestra SUQUI	167
Tabla 6-14: Resultados de parámetros para muestra AGUA DE FILTRO.....	168
Tabla 6-15: Resultados de parámetros para muestra AGUA DE FILTRO.....	171
Tabla 6-16: Resultados de parámetros para muestra agua potable	172
Tabla 6-17: Resultados de parámetros para muestra agua potable	175
Tabla 6-18: Comparación entre la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 y los datos obtenidos en las pruebas	176

INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1: Mapa de recurso hídrico en El Salvador.....	15
Figura 1.2: Mapa de recurso de agua subterránea de El Salvador	19
Figura 1.3: Porcentaje de DBO eliminada vs. tiempo.....	61
Figura 1.4: Ejemplos de curvas de calibración	78
Figura 1.5: Transiciones electrónicas.....	82
Figura 1.6: Diseño de espectrofómetros de haz simple (A) y de doble haz (B).....	87
Figura 1.7: Tipos de filtro	88
Figura 1.8: Transmitancia de algunos filtros	89
Figura 1.9: Filtro de interferencia	89
Figura 1. 10: Técnicas para la medición de turbidez.	96
Figura 1.11: Características típicas de la respuesta espectral de cuatro tipos de fotodetectores... 98	
Figura 1.12: Esquema general de un sistema para la medición de turbidez.....	99
Figura 1.13: Oakton, Modelo 501	101
Figura 1.14: Shimadzu, Modelo Uv1800.....	101
Figura 1. 15: Multiparámetro Hanna, Modelo 9828	102
Figura 1. 16: Fotómetro portátil de turbidez	103
Figura 1.17: Medidor HI 98129	104
Figura 1.18: Multiparámetro portátil Thermo Scientific.....	105
Figura 1.19: Labquest Vernier	106
Figura 6.1: Filtro Pura UV 5M.....	157
Figura 6.2: Ubicación de las tomas de muestras	158
Figura 6.3: Uso de tabla t- student	162

INDICE DE ESQUEMAS

Esquema 1-1: Parámetros que influyen en la turbidez del agua	28
Esquema 1-2: Relación con la conductividad	30
Esquema 1-3: Características del pH	32
Esquema 1-4: Métodos de determinación del pH	32
Esquema 1-5: Tipos de dureza del agua.....	34
Esquema 1-6: Contribuyentes a la alcalinidad.....	36
Esquema 1-7: Determinación del total de sólidos suspendidos	38
Esquema 1-8: Definición de acidez mineral	39
Esquema 1-9: Definición de residuo total.....	41
Esquema 1-10: Definición de cloruro	42
Esquema 1-11: Definición de sulfato.....	43
Esquema 1-12: Nitratos y nitritos	44
Esquema 1-13: Efectos y fuentes de los fosfatos.....	47
Esquema 1-14: Efectos del manganeso.....	52
Esquema 1-15: Efectos del níquel.....	56
Esquema 1-16: Categorías de sulfuros en agua	57
Esquema 1-17: Determinación de DBO según el tiempo	61
Esquema 1-18: Métodos analíticos basados en medidas de masa.....	65
Esquema 1-19: Requerimientos de reacción.....	67
Esquema 1-20: Tipos de volumetrías.....	68
Esquema 1-21: Tipos de preparación de reactivo valorante	69
Esquema 1-22: Principios generales	70
Esquema 1-23: Tipos de transiciones electrónicas.....	82
Esquema 1-24: Desviaciones del uv-visible	84
Esquema 1-25: Tipos de electrodos	91
Esquema 1-26: Diseños básicos de medidores de turbidez.....	95
Esquema 3-1: Operaciones más importante en el muestreo y tratamiento de la muestra	131
Esquema 3-2: Proceso de Obtención de muestras.....	132
Esquema 3-3: Etapas de muestreo en agua potable	134
Esquema 3-4: Etapas de muestreo en agua residual y natural.	136
Esquema 5-1: Procedimiento para el cálculo del límite de detección.....	152
Esquema 5-2: Procedimiento para cuantificar la incertidumbre total.....	155

INTRODUCCION

El agua es la fuente y la base de la vida. Esencial para nuestro metabolismo, es también nuestro alimento más importante. Como solvente y agente de transporte, no solamente contiene metales y nutrientes vitales, sino también y en una medida cada vez mayor sustancias contaminantes que se bioacumulan en organismos acuáticos o terrestres. Para el control de calidad y la evaluación de riesgos, los laboratorios de análisis de agua necesitan instrumentos y métodos eficientes efectivos y eficaces que permitan trabajar con una variedad de sustancias peligrosas cuya complejidad va en aumento, con un número creciente de muestras y con límites de detección cada vez más bajos.

Muchos metales de transición tóxicos y algunos aniones se pueden determinar por una amplia gama de técnicas instrumentales que pueden ser aplicadas en cualquier muestra de agua, con alta sensibilidad y sin necesidad de una preparación previa de las muestras. Además de estos métodos están también los llamados analíticos los cuales requieren de un método de preparación más específico y que para muchos aniones disueltos en agua resultan ser ineficaces para la identificación del mismo.

Debido a esta gran problemática en los últimos tiempos y con los avances en materia de tecnología se han desarrollado diversos equipos de medición de parámetros físicos, químicos y biológicos que no solo facilitan los análisis en agua, sino que también proporcionan resultados confiables; es por ello que su utilidad es vigente.

La Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, cuenta con el equipo e instrumentación necesaria para implementar un laboratorio de análisis fisicoquímico de aguas, para ello en el informe se recoge una amplia gama de pruebas de laboratorio, tanto analíticas como instrumentales, así como también características de equipos que se poseen en las instalaciones y que pueden ser utilizados para el análisis en agua.

Cabe mencionar que muchas de las pruebas encontradas, muy probablemente tengan que ser adaptadas a los recursos existentes pero no por ello dejan de ser alternativas de análisis químicos, es responsabilidad del investigador acoplar la mejor metodología de trabajo para poder mostrar resultados más confiables y acoplados a normativas previamente establecidas.

Entre los análisis químicos a realizar podemos mencionar: Parámetros físicos: turbidez, conductividad y resistividad. Parámetros químicos: pH, dureza, alcalinidad, sólidos disueltos, sólidos en suspensión, sólidos totales, cloruros, sulfatos, oxígeno, nitritos, nitrato, fosfato, potasio, calcio, magnesio, hierro, manganeso, amonio, níquel, sulfuro, hidrocarburos totales. Parámetros biológicos: demanda biológica y química de oxígeno (DBO-DQO), dichos análisis serán de gran utilidad para determinar la calidad de agua y estudiar los diferentes tipos de agua provenientes de distintas fuentes (geotérmicas, descargas, cuerpos de agua, etc.) y con ello no solo determinar su grado de contaminación si no también la concentración de sustancias que afectan su calidad.

Además de hacer uso de pruebas analíticas, se realizarán pruebas instrumentales, esto con el objetivo primordial de poner en funcionamiento los equipos existentes y que además sirva como un método de comparación entre ambas técnicas. Entre estos podemos mencionar: espectrofotómetro Shimadzu UV-VIS 1800; multiparámetros de campo HANNA 98129; medidor multiparamétrico thermo scientific orion para pH, conductividad, oxígeno disuelto, e ion selectivo; turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro HI C102; LabQuest Vernier, espectrómetro infrarrojo y termómetros digitales.

RESUMEN

El agua es un recurso indispensable para los seres vivos, con propiedades físicas y químicas únicas. Los humanos dependen del agua para vivir y realizar todo tipo de actividades cotidianas, esto requiere de cierta calidad de agua definida como las características físicas, químicas y biológicas que hacen que el agua sea apropiada para determinado uso.

En base a los antecedentes del agua en El Salvador, se puede trazar su utilidad y disposición en base a su clasificación de aguas superficiales y subterráneas. Ya sea agua potable, de riego, actividades recreativas o industriales, para cumplir con estas características es necesario realizar ciertos análisis que comprueben la composición del tipo de agua a utilizarse. También, tomando en cuenta la pérdida de su calidad de uso, la evaluación de las características fisicoquímicas de aguas residuales también se puede llevar a cabo mediante los análisis de agua, promoviendo tratamientos previos a la disposición de los desechos en agua por parte de las industrias e instituciones encargadas.

El conjunto de pruebas para todo tipo de aguas, son llamadas análisis físico-químicos para agua. A nivel de El Salvador e incluso dentro de la Universidad de El Salvador, existen instituciones y laboratorios certificados que efectúan este tipo de análisis. Sin embargo, a pesar que los análisis fisicoquímicos de sustancias son parte del pensum de la carrera de Ingeniería Química, el laboratorio Planta Piloto de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, no cuenta con las prácticas estándares para realizar análisis en aguas, por lo que se considera de suma importancia su investigación en bases fundamentadas de fuentes bibliográficas confiables con la variante de ser aplicables en el laboratorio de Geotermia y la Planta Piloto de la FIA-UES. La Planta Piloto cuenta con los recursos, pero por falta de uso, estos caducan o se dañan.

Teniendo en cuenta la importancia de estos análisis y los beneficios principalmente a nivel universitario, se inicia la recopilación de la información necesaria de la metodología de análisis estandarizada a nivel analítico e instrumental para diferentes tipos de aguas, con la adaptación a los recursos disponibles en el laboratorio. Se indaga en los protocolos de muestreo y

se comienza con la recolección de muestras de agua, seleccionando agua de filtro, agua potable de la red pública, muestra del río Suquiapa en Santa Ana y las muestras de 3 pozos del departamento de Santa Ana. Se le realizan las pruebas respectivas y se obtienen los datos referentes a las concentraciones de los parámetros buscados. Con la cantidad de mediciones se realiza la validación estadística posible y se comparan algunos resultados con las normas salvadoreñas. Se realizan las conclusiones y recomendaciones para mejorar las condiciones del laboratorio para que sea más completo. Al final se obtuvo un manual que contiene los procedimientos analíticos e instrumentales, que facilitará a los estudiantes de Ingeniería Química e investigadores de la institución la determinación y aprendizaje; aprovechamiento de materiales y equipo sin utilizar; que instituciones externas puedan solicitar estudios que comprueben la calidad de agua que utilizan, siendo posible generar en un futuro, ingresos extra que contribuyan a un mayor desarrollo de la Universidad, entre otros.

GENERALIDADES DEL ESTUDIO.



OBJETIVOS

Objetivo General.

“Elaborar y aplicar metodologías analíticas e instrumentales para la cuantificación de parámetros fisicoquímicos en agua y su aplicación en el laboratorio de Ingeniería Química, FIA/UES”

Objetivos Específicos.

- Elaborar matriz de equipo, técnica analítica cuantitativa, parámetro a evaluar, protocolos de análisis posibles, insumos y recursos necesarios.
- Investigar los procedimientos de análisis químico de cada parámetro requerido, a partir de protocolos estandarizados internacionales, y de acuerdo a las posibles técnicas de análisis desarrollarlos de acuerdo al equipamiento y reactivos disponibles y existentes en el laboratorio de Ingeniería Química de la FIA-UES, proponiendo la mejor opción para evaluación.
- Realizar muestreo de aguas para la obtención de matrices de análisis para el desarrollo de los protocolos de cuantificación analíticos.
- Elaborar manual de laboratorio para el análisis de parámetros físicos, químicos y biológicos a través de los recursos actuales disponibles en el laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos.
- Elaborar manual de uso de los equipos a utilizar en el desarrollo de los protocolos de análisis.

ORIGEN Y FINALIDAD DEL ESTUDIO

La metodología básica de estudio consistió en una revisión extensa de diferentes tipos de formulaciones en torno a los parámetros fisicoquímicos del agua en diferentes manuales e instructivos elaborados para dicha finalidad.

Una vez recopilados, se valoraron en cuanto a su amplia gama de parámetros y su requerimiento químico de reactivos, por lo que fueron sometidos a un análisis de clasificación, con el objetivo de identificar la viabilidad de todos los métodos.

Con dicho estudio pretendemos realizar un manual de parámetros fisicoquímicos, tanto analíticos como instrumentales, los cuales creemos que serán de gran utilidad no solo para el laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador sino que también para los estudiantes que pretendan llevar a cabo investigaciones sobre dicho tema y que no cuenten con un conocimiento previo sobre las técnicas que se pueden utilizar para lograr dicho fin.

ALCANCES

- Se elaborará un manual de laboratorio que contenga las marchas analíticas e instrumentales con los equipos y reactivos que se encuentran en la Planta Piloto, para determinar parámetros físicos, químicos y biológicos siguientes: Parámetros físicos: turbidez, conductividad y resistividad. Parámetros químicos: pH, dureza, alcalinidad, sólidos disueltos, sólidos en suspensión, sólidos totales, cloruros, sulfatos, oxígeno, nitritos, nitrato, fosfato, potasio, calcio, magnesio, hierro, manganeso, amonio, níquel, sulfuro, hidrocarburos totales. Parámetros biológicos: demanda biológica y química de oxígeno (DBO-DQO).
- Se elaborará un manual del uso de los equipos utilizados en el desarrollo de los protocolos de análisis. Entre ellos se tienen: espectrofotómetro UV-VIS, multiparámetros de campo HANNA, medidor multiparamétrico para pH, conductividad, oxígeno disuelto, e ion selectivo; marca thermo scientific (ORION), turbidímetro, espectrómetro de infrarrojo y termómetros digitales.
- Se investigarán y desarrollarán todas las técnicas analíticas e instrumentales con los recursos disponibles en la Planta Piloto, conforme a los protocolos estandarizados internacionales.
- Se analizarán muestras de aguas para obtener las matrices de desarrollo de los protocolos de cuantificación analíticos.

OBSERVACIONES

- Algunos parámetros fisicoquímicos se validarán a través de 2 o más técnicas analíticas o instrumentales de acuerdo a los recursos existentes y disponibles en el laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura, de la Universidad de El Salvador, y se realizarán recomendaciones acerca de cuál técnica es más conveniente y factible.
- Al final de la investigación se realizará un listado de los recursos necesarios para ampliar la matriz de análisis o técnicas de cuantificación.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La Universidad de El Salvador considerada como el máximo centro de investigación y estudios, en sus amplias ramas, tiene como objeto fundamental el desarrollo de metodologías que contribuyan a mejorar la calidad investigativa de sus estudiantes, por medio del desarrollo y apertura de espacios para que no solo docentes sino que también la comunidad estudiantil puedan poner en práctica los conocimientos adquiridos durante su plan de estudios.

La Universidad de El Salvador se caracteriza también por poseer recursos que muchas veces no son explotados, hecho debido a la falta de personal calificado, como también a la falta de promoción por parte de los benefactores de estos recursos, lo que lleva muchas veces al estancamiento y deterioro de los equipos donados por otras instituciones.

Es por ello y por tratar de minimizar la problemática latente existente se ha propuesto el: “Desarrollo de metodologías analíticas e instrumentales para la cuantificación de parámetros fisicoquímicos en agua y su aplicación en el laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura, de la Universidad de El Salvador” con el objetivo primordial de explotar los recursos disponibles existentes dentro de las instalaciones de dicha institución, lo cual ayudara a promover tanto interna como externamente que la universidad cuenta con la capacidad investigativa de aportar a soluciones a problemas tan graves como lo es la calidad del agua y en diversas actividades relacionadas al análisis químico como lo es el análisis de aguas geotérmicas, industriales, de descarte, etc.

IMPORTANCIA DEL ESTUDIO

En la actualidad el recurso hídrico está bajo presiones crecientes como consecuencia del crecimiento de la población, el incremento de las actividades pecuarias y el establecimiento de asentamientos humanos en zonas no adecuadas, lo cual ha llevado a una competencia por los recursos limitados de agua dulce. Una combinación de problemas económicos y socioculturales sumados a una carencia de programas de superación de la pobreza, ha contribuido a personas que viven en condiciones precarias a sobreexplotar los recursos naturales, lo cual afecta negativamente la calidad del recurso agua; las carencias de medidas de control de la contaminación dificultan el uso sostenible del vital líquido. Se considera además que la problemática es influenciada por la destrucción de los bosques, uso no adecuado del suelo, la falta de conciencia de conservación de los recursos naturales, y baja escolaridad de los pobladores. Sobre las consecuencias del problema, casi todos coinciden en que la contaminación e insalubridad existente como efecto inmediato de la degradación de los recursos. El deterioro de la calidad del agua causado por la contaminación influye sobre el uso de las aguas curso abajo, amenaza la salud humana y el funcionamiento de los sistemas acuáticos, reduciendo así la efectiva disponibilidad e incrementando la competencia por el agua de calidad.

Por todo lo anterior se hace necesario contar con procedimientos que faciliten a los investigadores conocer el estado del agua por medio de parámetros fisicoquímicos que nos ayudan a determinar no solo la calidad de la misma sino que también su grado y su forma de contaminación para posteriormente poder emplear metodologías que nos ayuden a la mitigación y a la conservación de este recurso tan vital.

JUSTIFICACION

La disponibilidad de agua de calidad es una condición indispensable que determina la calidad de vida de las personas. La contaminación disminuye la disponibilidad de agua. Los vertidos de residuos domésticos e industriales, la disposición inadecuada de los desechos en diversos puntos de El Salvador, aplicación de agroquímicos, son fuentes permanentes de la contaminación de agua. Es donde se observa que existe una necesidad de investigación relacionada con problemas de contaminación de agua a nivel nacional.

Existen casos particulares que recientemente han tomado notoriedad a nivel del El Salvador que atentan contra la salud humana relacionados con la calidad de las aguas: contaminación por plomo detectada en la zona del cantón Sitio del Niño, La Libertad. (MARN, 2012); contaminación por pesticidas en los pozos de agua como posible consecuencia de que la mayoría de los habitantes en la zona de San Luis Talpa padezcan enfermedades de insuficiencia renal (Diario La Página, 2013); la contaminación de todo tipo de desechos en las aguas del afluente del Río Grande de San Miguel (Torres, 2010); entre otros.

Además, la evaluación fisicoquímica del agua es necesaria en muchos sistemas naturales que requieren tratamiento, restauración o protección, como la Laguna de Metapán que es la principal receptora de aguas negras del municipio (MARN, 2013); Los Sitios RAMSAR que están en peligro de perder su categoría como humedales protegidos (Rivas, 2010); ríos que abastecen a los distritos de riego y avenamiento y no cumplen con la calidad para riego como el Río Sucio que abastece el Distrito de Riego Zapotitán, Río Sucio que abastece al Distrito de Riego Atiocoyo Unidad Sur, Río Lempa que abastece al Distrito de Riego Unidad Norte y Río Acahuapa que abastece al Distrito Lempa Acahuapa. (Dueñas, 2012); entre otros.

Ante esta problemática, se hace necesaria la participación y aporte de la Universidad de El Salvador y los estudiantes de Ingeniería Química en la evaluación y caracterización de las aguas en situaciones como las anteriormente mencionadas y lograr un mejor desarrollo en los estudios ambientales que puedan favorecer la calidad de vida de los residentes de las regiones con dichas problemáticas.

Además de la evaluación de la calidad de agua, la cuantificación de parámetros fisicoquímicos es muy útil en otras ramas de la ciencia e industria; así por ejemplo caracterizar parámetros fisicoquímicos es un proceso útil para clasificación del tipo de agua y sus usos posteriores, también permite evaluar calidad de efluentes, tratamientos de depuración, usos para potabilización, riego, actividades recreativas, industriales, etc. pero para ello, el proceso de cuantificación y calidad de los datos es imprescindible con métodos normalizados que nos permiten acercarnos lo más posible al “valor real” y así poder tomar decisiones respecto a su estado, su uso o si requiere algún tipo de tratamiento. La caracterización de parámetros fisicoquímicos propuesta en esta investigación estaría basada en los equipos y reactivos disponibles y existentes en el Laboratorio de Ingeniería Química (Planta Piloto) de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura, logrando ponerla en funcionamiento para este tipo de análisis.

La investigación y aplicación de las distintas metodologías podría ser aprovechada para futuros proyectos en sistemas naturales o en sistemas de tratamiento de aguas residuales domésticas o especiales, incluso las que pueden ser solicitadas por parte de instituciones gubernamentales tales como el Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales, Ministerio de Agricultura, Ministerio de Salud Pública, ONG's, Alcaldías, u otros.

Al mismo tiempo se desarrollaría un manual de laboratorio con procedimientos normados y estandarizados internacionalmente para dar validez y confiabilidad aceptable, junto con su respectivo manual de los equipos que serán utilizados, basados en los manuales de instrucciones propios de la empresa proveniente. Esto facilitará el trabajo en los análisis de aguas tanto para estudiantes como investigadores de la institución.

CAPITULO I: MARCO TEORICO



1.1 El agua.

El agua es una sustancia cuya molécula está formada por dos átomos de hidrógeno y uno de oxígeno (H₂O). Es esencial para la supervivencia de todas las formas conocidas de vida. El término agua generalmente se refiere a la sustancia en su estado líquido, aunque la misma puede hallarse en su forma sólida llamada hielo, y en su forma gaseosa denominada vapor. El agua cubre el 71 % de la superficie de la corteza terrestre. Se localiza principalmente en los océanos, donde se concentra el 96.5 % del agua total, los glaciares y casquetes polares poseen el 1.74 %, los depósitos subterráneos (acuíferos), los permafrost y los glaciares continentales suponen el 1.72 % y el restante 0.04 % se reparte en orden decreciente entre lagos, humedad del suelo, atmósfera, embalses, ríos y seres vivos. (Química del agua, 2010).

El agua es un elemento común del sistema solar, hecho confirmado en descubrimientos recientes. Puede encontrarse, principalmente, en forma de hielo; de hecho, es el material base de los cometas y el vapor que compone sus colas.

Desde el punto de vista físico, el agua circula constantemente en un ciclo de evaporación o transpiración (evapotranspiración), precipitación y desplazamiento hacia el mar. Los vientos transportan tanto vapor de agua como el que se vierte en los mares mediante su curso sobre la tierra, en una cantidad aproximada de 45,000 km³ al año. En tierra firme, la evaporación y transpiración contribuyen con 74,000 km³ anuales a causar precipitaciones de 119,000 km³ cada año. (Química del agua, 2010).

Se estima que aproximadamente el 70 % del agua dulce se destina a la agricultura. El agua en la industria absorbe una media del 20 % del consumo mundial, empleándose en tareas de refrigeración, transporte y como disolvente de una gran variedad de sustancias químicas. El consumo doméstico absorbe el 10 % restante. (Química del agua, 2010).

El agua es esencial para la mayoría de las formas de vida conocidas por el hombre, incluida la humana. El acceso al agua potable se ha incrementado durante las últimas décadas en la superficie terrestre. Sin embargo, estudios de la FAO estiman que uno de cada cinco países en

vías de desarrollo tendrá problemas de escasez de agua antes de 2030; en esos países es vital un menor gasto de agua en la agricultura modernizando los sistemas de riego. (Química del agua, 2010).

1.1.1 Propiedades físicas y químicas

El agua es una sustancia que químicamente se formula como H_2O , es decir, que una molécula de agua se compone de dos átomos de hidrógeno enlazados covalentemente a un átomo de oxígeno.

Fue Henry Cavendish quien descubrió en 1781 que el agua es una sustancia compuesta y no un elemento, como se pensaba desde la antigüedad. Los resultados de dicho descubrimiento fueron desarrollados por Antoine Laurent de Lavoisier, dando a conocer que el agua estaba formada por oxígeno e hidrógeno. (Química del agua, 2010).

En la tabla 1-1 se describen las propiedades físicas y químicas del agua.

Tabla 1-1: Propiedades físicas y químicas del agua

Propiedades Físicas	Propiedades Químicas.
1) Estado físico: sólida, líquida y gaseosa	1) Reacciona con los óxidos ácidos
2) Color: incolora	2) Reacciona con los óxidos básicos
3) Sabor: insípida	3) Reacciona con los metales
4) Olor: inodoro	4) Reacciona con los no metales
5) Densidad: 1 g./cm^3 a 4°C	5) Se une en las sales formando hidratos
6) Punto de congelación: 0°C	
7) Punto de ebullición: 100°C	
8) Presión crítica: 217.5 atmósferas.	
9) Temperatura crítica: 374°C	

Nota. Fuente: Química del agua. (2010). Ecured. Recuperado el 15 de agosto de 2014 de: <http://www.ecured.cu/index.php/Agua>

1.2 El agua en El Salvador.

1.2.1 Antecedentes del agua en El Salvador

A mediados del siglo veinte se construyó en El Salvador el primer sistema de acueductos y a principios del siglo veinte, el primer sistema de alcantarillado sanitario, los que posteriormente continuaron construyéndose y expandiéndose en relación al crecimiento poblacional. Las obras eran realizadas por el gobierno central y luego eran transferidas a las municipalidades para su administración, operación y mantenimiento. (Comures, 2007, citado en Situación del Agua en El Salvador, 2010)

No obstante por las bajas coberturas de los servicios de acueductos y alcantarillado en las principales poblaciones del país, en el año de 1950 fue creada la Dirección General de Obras Hidráulicas, la cual funcionó durante aproximadamente 10 años.

En 1960 en consejo de ministros se plantea la necesidad de contribuir a la salud pública del país, mejorando el abastecimiento de agua potable y el servicio de alcantarillado a nivel nacional, para ello se determinó crear un ente autónomo que contara con la capacidad técnica, económica y financiera, para que administre dichos servicios.

Es en ese contexto fue que en el año de 1961 por decreto legislativo No. 341 de fecha 17 de octubre, se crea la Administración Nacional de Acueductos y Alcantarillados (ANDA), con el fin primordial de “Proveer y ayudar a suministrar a los habitantes de la Republica de acueductos y alcantarillados, mediante la planificación, ejecución, operación, mantenimiento, administración y explotación de las obras necesarias o convenios”. (Comures, 2007, citado en Situación del Agua en El Salvador, 2010)

Es así como ANDA inicia sus labores, el 1º de enero de 1962, para lo cual adquirió personería jurídica sin fines de lucro. Absorbe a la que en ese tiempo era la Dirección General de Obras Hidráulicas.

Para dar mayor importancia a la institución se creó la ley de ANDA que contemplaba la transferencia a la institución de todos los sistemas de agua potable y alcantarillados administrados por las municipalidades, la mayor parte de esos servicios fueron transferidos, quedando desde esa fecha alrededor de 90 sistemas urbanos que nunca fueron transferidos o no contaban con servicio de agua potable y alcantarillado, dentro de este contexto de cambio 74 municipalidades continuaron operando sus propios sistemas de agua, esto se debió a que en el proceso de traslado de los acueductos decretado en 1961, algunas municipalidades se resistieron a entregarlos a ANDA. (Fusades, 2002, citado en Situación del Agua en El Salvador, 2010)

Actualmente en el país existe una población de más de seis millones de habitantes y de acuerdo a estadísticas de ANDA hasta el 2006 solo el 65% de la población a nivel nacional tenía acceso al agua potable dentro o fuera de la vivienda; sin embargo se reporta que el área rural la cobertura de agua potable fue de 34.4%. (ANDA, 2008, citado en Situación del Agua en El Salvador, 2010)

La falta de acceso y mala calidad del agua afectan la calidad de vida, la productividad y la salud de la población y de los ingresos de los diferentes sectores, ya que las personas pobres del área rural dedican un porcentaje de su tiempo productivo para acarrear agua a sus viviendas. La necesidad de inversión en el sector de agua potable y saneamiento es uno de los desafíos más grandes que el país afronta, solo para el año 2007 la inversión fue de 0.3% del PIB en agua potable y saneamiento, y para ampliar esta cobertura a todos los niveles del país se necesita una inversión anual de 0.8% del PIB. (Situación del Agua en El Salvador, 2010)

Lo anterior conlleva a definir que actualmente existe poco acceso al agua potable en el país y que requiere de varios sistemas o de una mejor administración para expandir el servicio de agua a nivel nacional.

En la figura 1.1 se presenta un mapa sobre los recursos hídricos principales existentes en El Salvador.

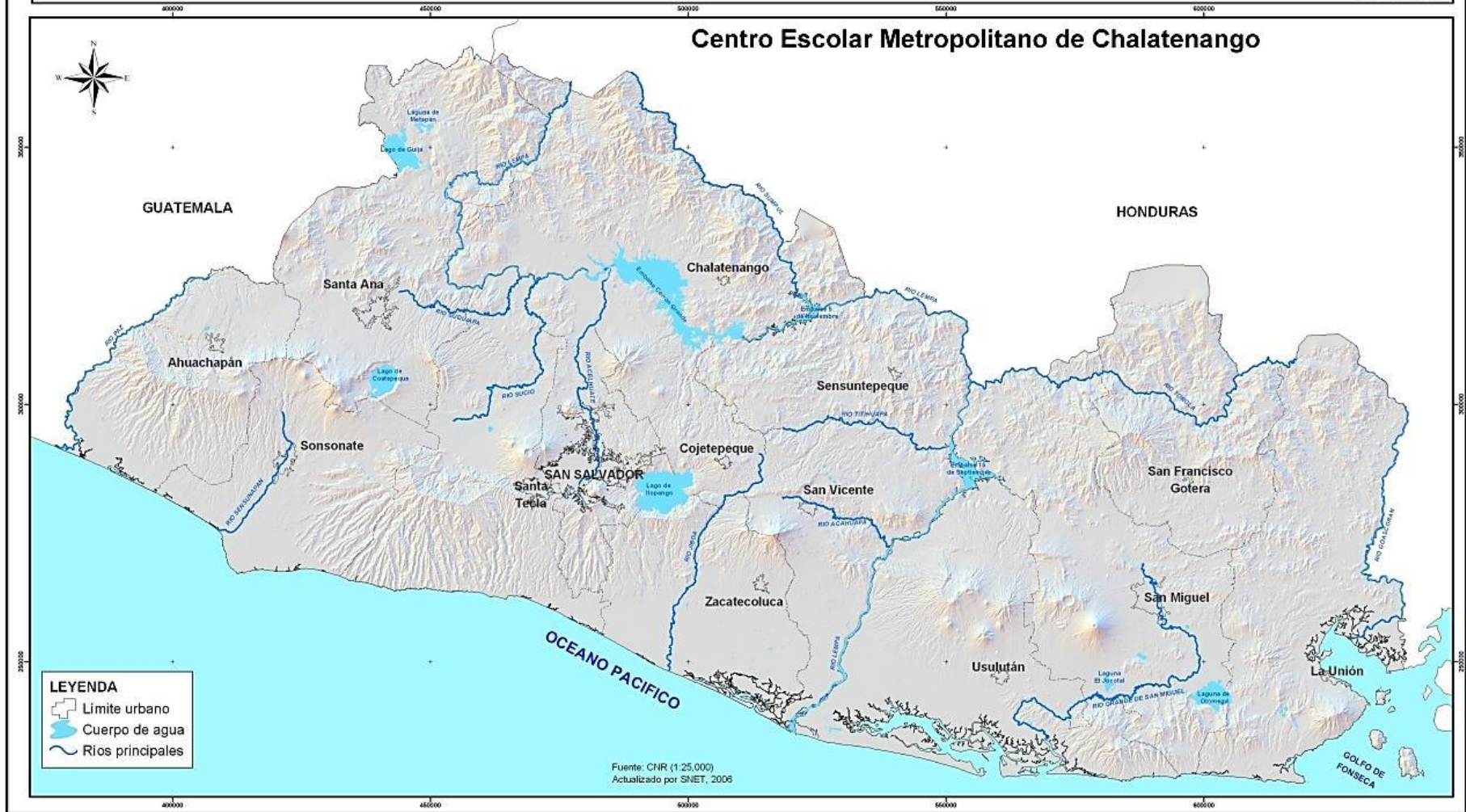


Figura 1.1: Mapa de recurso hídrico en El Salvador

Nota. Fuente: Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales (2010). Calidad del agua en los ríos de EL Salvador, 2010. Documento de Gobierno. San Salvador, El Salvador, Centro América. “El agua y el saneamiento en El Salvador”. Recuperado el 5 de marzo del 2014, de <http://www.fondodelagua.aacid.es/es/fcas/donde-trabaja/paises/el-salvador.html>

1.2.2 Calidad de las aguas en El Salvador

1.2.2.1 Agua superficial.

El Salvador cuenta sólo con el 12% del agua con calidad “buena”. Según el estudio revelado por autoridades de medio ambiente, de 123 puntos analizados en los principales ríos del país, ninguno cuenta con un nivel de calidad excelente del agua, 15 de calidad buena, 62 regular, 38 mala y 8 ríos de calidad pésima, entre lo que se encuentra en Río Acelhuate en San Salvador.

Se estima que el 77% de las aguas superficiales se encuentran en algún grado de contaminación tomando el uso más restrictivo, para los otros usos el porcentaje de aguas contaminadas puede disminuir con el menú adecuado de programas que ayuden a restaurarlas o protegerlas. (Serrano, I., 2012).

Respecto a los análisis fisicoquímicos de agua, el programa de vigilancia de las aguas superficiales del MINSAL tiene las siguientes funciones:

- Monitorear la calidad microbiológica de las aguas superficiales.
- Prevenir enfermedades de origen hídrico en la población.
- Fortalecimiento técnico a personal de saneamiento local.
- Educación ambiental al personal de saneamiento y a la población.
- Promoción de métodos de desinfección del agua para consumo, así como alimentos en contacto con fuentes superficiales.

1.2.2.1.1 Calidad del recurso superficial.

Diversas actividades humanas degradan la calidad en las aguas naturales, por ejemplo, las actividades agrícolas, los desechos industriales, aguas de desecho de establecimientos ganaderos o agroindustriales, vertidos de origen humano como aguas residuales domésticas también, alteraciones por causas naturales como derrumbes, erosión, infiltraciones de agua subterránea, deslizamientos, entre otros.

El problema de la contaminación ha alcanzado un nivel crítico en El Salvador, lo que compromete las posibilidades de desarrollo para el país por sus efectos en la disponibilidad de agua y en la salud humana: primero el deterioro mismo del recurso limita sus usos posibles, segundo el impacto negativo que se genera en la salud de los pobladores de las zonas, en especial de los sectores más pobres del país y tercero el impacto negativo que se genera al alimentar a la población del país con productos contaminados.

1.2.2.1.2 Impacto de los contaminantes en la calidad de las aguas superficiales

El origen de la contaminación puede ser puntual o no puntual. Los primeros se refieren a la descarga directa de vertidos industriales y/o domésticos a los ríos, mientras que la contaminación no puntual se origina por fuentes dispersas a lo largo del cauce del río, tales como la erosión, fertilizantes movilizados por la lluvia, entre otros.

Por su parte, los ríos cuentan con una capacidad de auto depuración de sus aguas la cual se define como el conjunto de fenómenos físicos, químicos y biológicos, que tienen lugar en el curso del agua de modo natural y que provocan la destrucción de materias extrañas incorporadas a un río. Los compuestos que son posibles de ser degradados por los ríos son llamados biodegradables. Pero hay compuestos que son persistentes y que no pueden ser transformados por la comunidad biótica, estos son denominados no biodegradables o permanentes.

La capacidad de auto-regeneración de un río depende del caudal del mismo, el cual permitirá diluir el vertido y facilitar su posterior degradación; la turbulencia del agua, que aportará oxígeno diluido al medio; y la naturaleza y volumen del vertido. En este sentido, la presencia en el agua de altas concentraciones de contaminantes, tanto biodegradable como elementos no biodegradables, anula el proceso de autodepuración, se rompe el equilibrio y queda una zona contaminada que resultará difícil recuperar si no es de forma lenta y/o artificial, limitando todos los usos posteriores del agua, o causando efectos negativos al ser usada.

Por otro lado es importante mencionar que muchos compuestos tales como plaguicidas, fertilizantes, metales pesados, entre otros, no desaparecen de los ambientes acuáticos sino que

cambian de lugar, acumulándose en el fondo de ríos e incorporándose a las plantas y a las cadenas tróficas produciendo a mediano y largo plazo enfermedades en la población.

1.2.2.2 Aguas subterráneas

El agua subterránea constituye la principal fuente de abastecimiento de agua potable en El Salvador. Su explotación se realiza a través de pozos perforados profundos y captaciones de manantiales. Por esta razón en El Salvador se cuenta con programas de fortalecimiento institucional para la investigación de las aguas subterráneas para que se cuenten con los instrumentos necesarios para el control de los acuíferos.

Estos programas están destinados para ANDA, ya que un gran porcentaje de las fuentes que utiliza ANDA para abastecer a los usuarios provienen de mantos acuíferos que se encuentran a más de 150 metros de profundidad, lo que indica un agua que ha pasado por un filtro natural conformado por todos los horizontes de suelo hasta llegar a un ambiente libre en el cual puede fluir con normalidad.

Como las aguas provenientes de las profundidades son altamente cristalinas y/o puras, la desinfección del agua para uso humano se realiza con la finalidad de eliminar algún microorganismo patógeno que se encuentre contenidos en el agua. La desinfección del agua es necesaria como una garantía de la calidad, de que el agua esté lista para ser consumida como agua potable. Como son aguas cristalinas, las aguas de manantiales naturales o de pozo, la desinfección es el único tratamiento que se le da al agua para obtener agua potable. (ANDA, 2010).

En la figura 1.2 se presenta un mapa de recursos de aguas subterráneas principales de El Salvador.



EL SALVADOR

MAPA DE RECURSOS
DE AGUA SUBTERRANEA

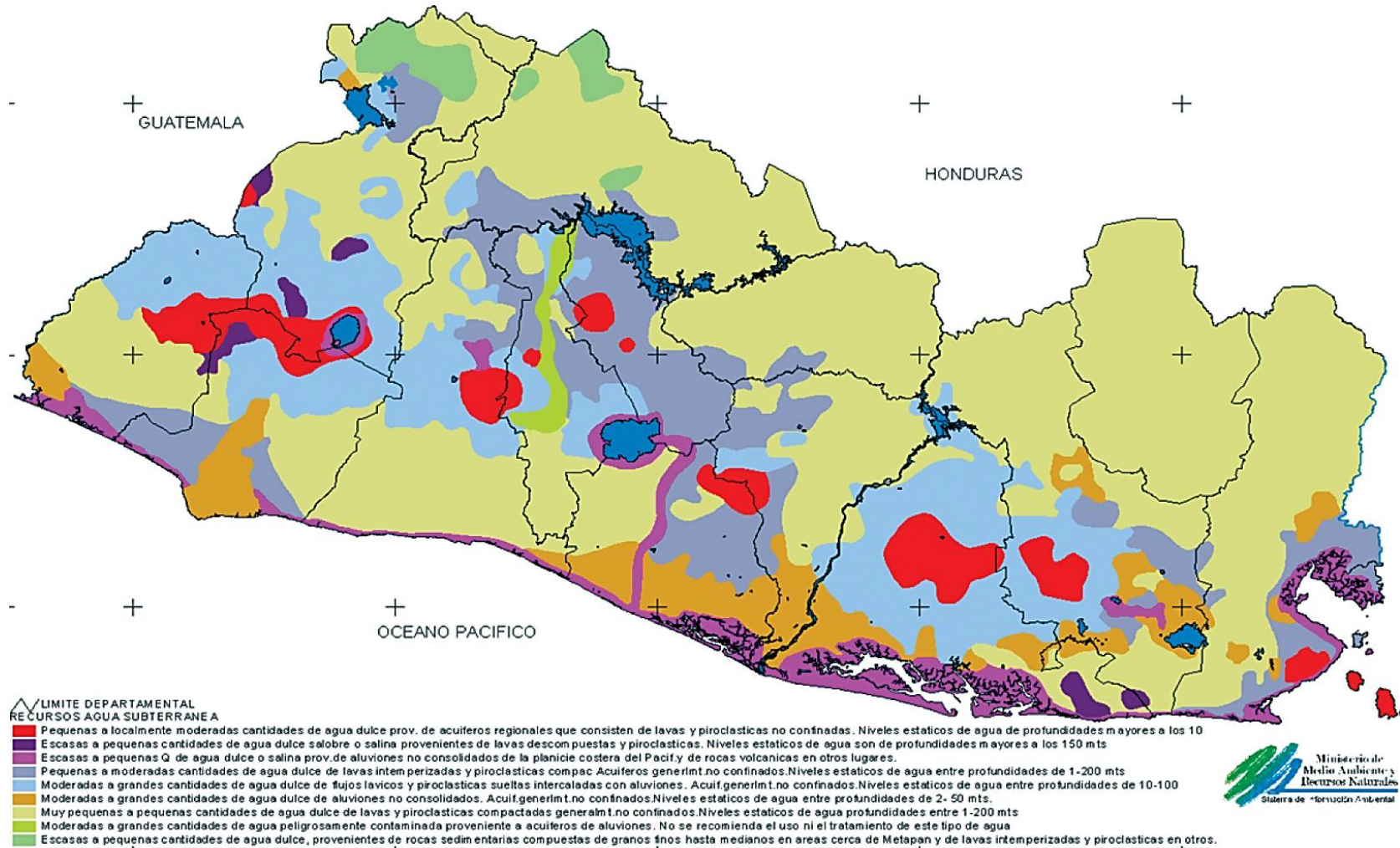


Figura 1.2: Mapa de recurso de agua subterránea de El Salvador

Nota. Fuente: Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales (2010). Calidad del agua en los ríos de EL Salvador, 2010. Documento de Gobierno. San Salvador, El Salvador, Centro América. “El agua y el saneamiento en El Salvador”. Recuperado el 5 de marzo del 2014, de <http://www.fondodelagua.aecid.es/es/fcas/donde-trabaja/paises/el-salvador>.

1.2.2.3 Red potable

Existen instituciones en El Salvador que realizan monitoreo a base de análisis fisicoquímicos y biológicos de las aguas naturales superficiales para que cumplan con los requerimientos mínimos según el tipo de utilidad que se necesita. Por ejemplo:

Para que el agua se considere potable, ANDA se basa en la definición de Control de Calidad del Agua para consumo humano según OPS/OMS: "El conjunto de actividades ejercidas en forma continua por el abastecedor con el objetivo de verificar que la calidad del agua suministrada a la población cumpla con la legislación", (ANDA, 2010), por esto ANDA realiza un control de la calidad a través de monitoreo continuo, en la cual se verifica un conjunto de análisis físico químicos y microbiológicos normados, se ejecutan inspecciones Sanitarias a los sistemas de abastecimiento iniciando desde la fuente hasta el usuario además de realizar un Control Operacional. ANDA en este contexto realiza actividades a través de diferentes instancias o dependencias; la integración de estas actividades lleva como resultado que el agua sea segura y confiable para el usuario, para ello se toma como base la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO agua, Agua potable.-NSO 13.07.01.04.

El MINSAL (2014) también realiza acciones de vigilancia de calidad del agua para consumo humano como son: Lecturas de cloro residual en red, toma y envío de muestras de agua, análisis bacteriológicos y físico-químicos, inspecciones sanitarias y recopilación de información que se evalúa y corrige los problemas detectados, además se brinda apoyo en el control de la calidad proporcionando desinfectantes químicos a municipalidades que administran acueductos a ONG's y comunidad rural, tales acciones están enmarcadas en un programa que satisfaga lo establecido en el Art. 63 del Código de Salud vigente da la responsabilidad en la vigilancia para el cumplimiento de lo reglamentado en esta materia.

1.2.3 Análisis químico de aguas para usos industriales.

a) Análisis químicos utilizados en Geotermia en El Salvador.

Según la Comisión Reguladora de Energía (2011), el trabajo del geoquímico consiste en tomar muestras de agua y vapor y del material de alteración, para su análisis en laboratorio y posterior interpretación con fines investigativos. Las muestras se usan para análisis químicos de elementos mayores y menores, así como de isótopos ambientales. A las muestras de material de alteración se le practican análisis químicos y mineralógicos (difracción de rayos x).

La composición química e isotópica de los fluidos termales proporciona información acerca de la composición y distribución de los fluidos en profundidad, su temperatura, presión y estado físico (vapor o agua), rocas subsuperficiales asociadas, origen y tiempo de residencia del fluido, dirección de circulación, permeabilidad y flujo natural de calor.

Los métodos geoquímicos son de gran utilidad durante las etapas de exploración debido a su bajo costo en relación con los métodos geofísicos. La metodología empleada involucra tres etapas:

- La tarea de campo, en la que se toman muestras de agua, gases y condensados, y se efectúan mediciones de temperatura, pH, conductividad y caudal, entre las más importantes.
- Análisis de laboratorio.
- Procesamiento e interpretación de los datos.

El estudio de la composición química de las aguas posibilita la identificación de las mismas con el propósito de diferenciar acuíferos, detectar las posibles mezclas del fluido termal con aguas frías más superficiales.

La composición química de las aguas termales que alcanzan la superficie está determinada por las reacciones de interacción agua-roca-gas, cuyos equilibrios se alcanzan a

altas temperaturas, por esta razón las concentraciones de ciertos componentes reflejan la temperatura a la cual se alcanzó el equilibrio, esto es, la temperatura en profundidad.

El origen del fluido y la ubicación del área de recarga se determinan a partir de la concentraciones de los isótopos oxígeno 18 (^{18}O) y deuterio (D).

Con el contenido de tritio (T) se estima el tiempo de residencia, o sea el tiempo transcurrido desde la infiltración del agua.

En los reservorios de “vapor-dominante”, cuyas manifestaciones superficiales están constituidas por gas y vapor, la composición química e isotópica de estas muestras puede usarse para el cálculo de las temperaturas en profundidad.

Otras técnicas aplicadas a estos campos se basan en el análisis de elementos volátiles tales como mercurio (Hg) ligados al suelo y aire del suelo, pues su distribución está relacionada la actividad geotérmica, indicando en algunos casos fallas o fisuras en el área. (Comisión Reguladora de Energía, 2011)

Entre los análisis más importantes para este tipo de aguas se encuentran:

Determinaciones obligatorias de laboratorio

- Cationes: Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} .
- Aniones: Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- (y CO_3^{2-} si procede)
- SiO_2
- Otros: pH, conductividad eléctrica (ce) de laboratorio

Determinaciones recomendables

- Cationes: Li^+ , Rb^+ , Cs^+ , As (total), NH_4^+
- Aniones: F^-
- B, H_2S

b) Análisis químicos utilizados en aguas residuales provenientes de procesos industriales diversos.

En El Salvador, el objetivo del tratamiento de las aguas residuales provenientes de los diferentes tipos de industria, tiene como objetivo el mejoramiento de la calidad fisicoquímica del agua para cumplir con las normas de calidad del cuerpo receptor o las normas de reutilización.

De acuerdo la norma salvadoreña, NSO 13.49.01:06 “Aguas residuales descargadas en un cuerpo receptor”, se establecen las características y valores fisicoquímicos, microbiológicos y radioactivos permisibles que debe presentar el agua residual para proteger y rescatar los cuerpos receptores.

Además de ello es muy importante mencionar que esta norma se aplica en todo el país para la descarga de aguas residuales vertidas a cuerpos de agua receptores superficiales. Todas las industrias están obligadas a observar el cumplimiento de los valores permisibles establecidos en esta norma, de forma que no se causen efectos negativos en el cuerpo receptor, tales como color, olor, turbiedad, radiactividad, explosividad y otros.

Las propiedades de las aguas residuales industriales son tan variadas como la industria misma, debido a que contienen materiales suspendidos, coloidales y disueltos; así como sólidos orgánicos e inorgánicos, además pueden ser excesivamente ácidas o alcalinas y pueden tener baja o alta concentración de colorantes y contaminantes de difícil remoción.

Debido a esto, muchas industrias dan tratamiento a sus aguas residuales para cumplir con las normas mínimas salvadoreñas para evitar un vertido directo del efluente a los cuerpos de aguas superficiales. Sin embargo estas normas al no ser tan exigentes han provocado una mayor contaminación al medio ambiente que reduce la calidad de uso. En las tablas del anexo 1 se presentan los valores máximos de parámetros de aguas residuales de tipo ordinario, para descarga de un cuerpo receptor además de los valores máximos permisibles de parámetros para verter aguas residuales de tipo especial al cuerpo receptor por actividad.

En el anexo 1 se detallan los parámetros límites de aguas según los tipos de procesos industriales.

1.2.4 Cumplimiento de normativa.

- a) Para potabilización (parámetros norma) NSO 13.07.01:08

Para el agua potable en El Salvador se sigue la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08, que es una adaptación de la Guía para la calidad del Agua Potable OMS. Tiene por objeto establecer los requisitos físicos, químicos y microbiológicos que debe cumplir el agua potable para proteger la salud pública. Considera todos los servicios públicos, municipales y privados sea cual fuere el sistema o red de distribución, en lo relativo a la prevención y control de la contaminación de las aguas, cualquiera que sea su estado físico.

Los requisitos que contempla la norma se detallan en el anexo 2

- b) Para riego y actividades recreativas

La Dirección de Salud Ambiental del Ministerio de Salud de El Salvador (1996) contribuye a la salud humana y ambiental, a través de la vigilancia de factores de riesgo presentes en las aguas superficiales, en base legal al Código de Salud: Art 56 y 66.

En lo que respecta a los límites permisibles de calidad de agua para el contacto humano y/o actividades recreativas sugeridos por la Organización Mundial para la Salud (OMS), son los expuestos en la tabla 1-2.

Tabla 1-2: Parámetros de calidad de agua deseables para actividades recreativas establecidas

Norma aplicable	Parámetro	Rango
Norma OMS para actividades recreativas	Coliformes fecales	Menor o igual a 1000 NMP/100ml
	Oxígeno Disuelto	Mayor o igual a 7 mg/l
	Turbidez	Menor o igual a 10 UNT

Nota. Fuente: Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales (2010). Calidad del agua en los ríos de EL Salvador, 2010. Documento de Gobierno. San Salvador, El Salvador, Centro América. “El agua y el saneamiento en El Salvador”. Recuperado el 5 de marzo del 2014, de <http://www.fondodelagua.aecid.es/es/fcas/donde-trabaja/paises/el-salvador.html>

En cuanto a leyes que aborden el uso de riego, se encuentra en Decreto 153 (2012) de El Salvador: ley de riego y avenamiento normas reglamentarias de regula la conservación, el aprovechamiento y la distribución de los recursos hidráulicos del territorio nacional, con fines de riego y avenamiento, y la construcción, conservación y administración de las obras y trabajos pertinentes. La cual contiene el régimen de permisos y concesiones para uso (art. 10-19), las aguas subterráneas (art. 20-28), los distritos de riego y avenamiento y de las asociaciones de regantes (art. 29-48).

También se cuenta con la normativa de agua para riego, emitida en el Decreto No. 51 emitida el 16 de noviembre de 1987 en el Diario Oficial de El Salvador, expuesta en la tabla 1-3.

Tabla 1-3: Parámetros de calidad de agua deseables para actividades de riego según el decreto N°51 del 16 de noviembre de 1987

Norma aplicable	Parámetro	Unidades	Rango
Decreto No. 51, 16 de noviembre de 1987 "NOMBRE"	Conductividad	Siemens/cm	250 a 750
	CRS	meq/l	≤1.25
	RAS	-	0-10
	% de sodio	meq/l	30 a 60
	Boro	mg/l	0.5 a 2
	Cloruros	mg/l	195
	Fosfatos	mg/l	200
	pH	u de pH	6.5 a 8.4
	Coliformes fecales	NMP/100ml	1000

Nota. Fuente: Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales (2010). Calidad del agua en los ríos de EL Salvador, 2010. Documento de Gobierno. San Salvador, El Salvador, Centro América. "El agua y el saneamiento en El Salvador". Recuperado el 5 de marzo del 2014, de <http://www.fondodelagua.aecid.es/es/fcas/donde-trabaja/paises/el-salvador.html>

c) Para cumplimiento de normativas de descargas de aguas residuales

Las normas que contemplan a las aguas residuales son:

El decreto 39 (2000) de El Salvador: Reglamento especial de aguas residuales. Tiene por objeto velar porque las aguas residuales no alteren la calidad de los medios receptores, para contribuir a la recuperación, protección y aprovechamiento sostenibles del recurso hídrico respecto de los efectos de la contaminación. La autoridad competente es el Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales que debe realizar las auditorias e inspecciones necesarias en las obras, instalaciones y aprovechamientos de aguas residuales que se identifiquen.

El contenido es el siguiente:

- Lo referente a los sistemas de tratamiento de aguas residuales y la disposición de lodos con sus respectivos informes.
- Los análisis obligatorios según el tipo de agua residual o actividad de la que provenga.
- La frecuencia mínima de muestreo y análisis por tipo de agua residual.
- Reutilización de agua una vez cumplido los requisitos
- Disposiciones finales de agua

El decreto 50 (1987) de El Salvador: Reglamento sobre la calidad del agua, el control de vertidos y las zonas de protección. Menciona acerca de la autorización de vertidos (art. 29-34), normas sobre depuración y tratamiento de aguas (art. 35-43), de las aguas negras o aguas residuales domésticas (art. 59-66), de las aguas litorales y marítimas (art.67-79). Los límites para obras sanitarias de vertidos de aguas negras se presentan en la tabla 1-4.

Tabla 1-4: Límites para obras sanitarias de vertidos en aguas negras del decreto 50 (1987) en los art. 80-87

Sustancias tóxicas y venenosas	Límites
Cobre (Cu)	0.20 mg/l
Cromo (Cr)	0.05 mg/l
Níquel (Ni)	0.80 mg/l
Arsénico (As)	0.05 mg/l
Cianuro	0.10 mg/l
Fenoles	0.005 mg/l
Sustancias no explosivas	Límites
Agentes bactericidas, fungicidas e insecticidas	0.10 a 10 mg/l
Aceites y grasas	20 mg/l
Materiales radio-activos	3 a 1000 pc/l
Otros que se establezcan para casos especiales	

Nota. Fuente: D.E. NO. 50, del 16 de octubre de 1987, publicado en el D.O. NO. 191, Tomo 297, del 16 de octubre de 1987.

Sólidos de las aguas residuales industriales que reciban los alcantarillados deber tener las siguientes características de la tabla 1-5.

Tabla 1-5: Sólidos de las aguas residuales industriales

Tipo de sólido	Límites
Sólidos totales	inferior a 100 mg/l
Sólidos en suspensión	inferior a 500 mg/l

Nota. Fuente: D.E. NO. 50, del 16 de octubre de 1987, publicado en el D.O. NO. 191, Tomo 297, del 16 de octubre de 1987.

El pH de las aguas residuales industriales no deber de ser inferior a 5 ni superior a 9.0. La temperatura de las aguas residuales industriales no deber ser superior a 5°C de la temperatura media de la localidad y nunca mayor de 35°C.

También contiene normas para industrias localizadas en áreas con red pública de alcantarillado de aguas negras y planta de tratamiento (art. 88-108). En la tabla 1-6 se presentan los rangos de valores deseables de parámetros para aguas crudas superficiales.

Tabla 1-6: Normas deseables para aguas crudas superficiales que solamente requieren sistemas convencionales de tratamiento

Parámetros	Rango de valores
DBO5 promedio mensual (mg/l)	1.5 - 2.5
DBO5 / muestra (mg/l)	3.0 - 4.0
Coliformes promedio mensual (NMP/100)	50 - 5000
OD (mg/l)	4.0 - 6.5
PH	6.5 - 9.2
Cloruros (mg/l)	50.0 - 250.0
Color (unidades)	20.0 - 150.00
Turbidez (unidades)	10.0 - 250.0
Fluoruros (mg/l)	1.5 - 3.0
Compuestos Fenólicos (mg/l)	0.005
Sustancias Toxicas	ausentes

Nota. Fuente: D.E. NO. 50, del 16 de octubre de 1987, publicado en el D.O. NO. 191, Tomo 297, del 16 de octubre de 1987.

1.3 Parámetros de análisis de agua.

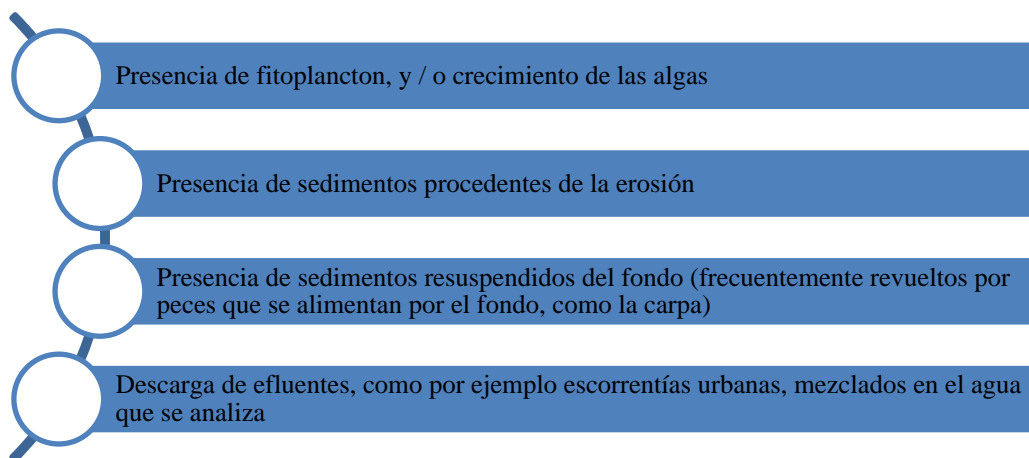
1.3.1 Turbidez

La turbidez es una característica óptica o propiedad de un líquido, que en términos generales describe la claridad u opacidad del líquido. La turbidez siempre se basó en la observación humana y a la vez que este fenómeno es cuantificable de diferentes formas, todavía se discute mucho acerca de las diferentes técnicas de medición de turbidez de los fluidos. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

La turbidez no tiene que ver con el color, sino que se relaciona más con la pérdida de transparencia debida al efecto de partículas en suspensión, material coloidal, o ambos. Una falta de turbidez resulta en la pureza ya que es, en parte, el efecto de estos diversos materiales en suspensión sobre la luz que atraviesa el líquido.

Un cuerpo de agua, como un lago, es un ejemplo natural de turbidez. A simple vista los lagos que son muy claros, y a veces es fascinante la profundidad que se logra ver. Por otra parte, también existen aguas terrosas en donde no se puede ver ni la propia palma a la distancia de un brazo. La profundidad detectable de un objetivo visual, llamado disco Secchi, es una técnica de medición que todavía se utiliza para mediciones de claridad basadas en turbidez de lagos y ríos.

Clasificada como “propiedades ópticas”, la dirección de la iluminación, luz parásita, fondo, y la longitud del recorrido óptico, pueden afectar la medición de turbidez, pero no el color mismo. Algunos constituyentes de la turbidez son sensibles a la temperatura, y puede que precipiten sólo cuando la solución se enfría, o que se disipen cuando se calienta. Otros componentes basados en proteínas pueden precipitar como un compuesto al reaccionar con otros materiales disueltos. Si bien el cambio de color alterará el efecto de la luz que atraviese ese líquido, la turbidez misma no cambiará sólo por un cambio de color. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996). Los parámetros que influyen en la turbidez del agua se mencionan en el esquema 1-1.



Esquema 1-1: Parámetros que influyen en la turbidez del agua

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

1.3.1.1 Límite de turbidez del agua para consumo humano

Según la OMS (Organización Mundial para la Salud) citada por la Dirección Nacional de Medio Ambiente (1996), la turbidez del agua para consumo humano no debe superar en ningún caso las 5 NTU, y estará idealmente por debajo de 1 NTU.

Los sistemas filtrantes, de las plantas de tratamiento del agua para consumo humano deben asegurar que la turbidez no supere 1 NTU (0.6NTU para filtración convencional o directa) en por lo menos 95% de las muestras diarias de cualquier mes. A partir del 1 de enero del 2002, en los estándares de los EEUU, la turbidez no debe superar 1 NTU, y no debe superar 0.3 en 95% de las muestras diarias de cualquier mes. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.2 Conductividad

Es una medida de la capacidad de una solución acuosa para transmitir una corriente eléctrica y es igual al recíproco de la resistividad de la solución. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Dicha capacidad depende de la presencia de iones; de su concentración, movilidad y valencia, y de la temperatura ambiental. Las soluciones de la mayoría de los compuestos inorgánicos (ej. aniones de cloruro, nitrato, sulfato y fosfato) son relativamente buenos conductores. Por el contrario, moléculas de compuestos orgánicos que no se disocian en soluciones acuosas (ej. aceites, fenoles, alcoholes y azúcares) son pobres conductores de una corriente eléctrica. La conductancia (G , recíproco de resistencia R) de una solución se mide utilizando dos electrodos químicamente inertes y fijos espacialmente. La conductancia de una solución es directamente proporcional al área superficial del electrodo A , (cm^2), e inversamente proporcional a distancia entre los electrodos L , (cm). La constante de proporcionalidad, k (conductividad) es una propiedad característica de la solución localizada entre dos electrodos.

La conductividad se reporta generalmente en micromhos/cm ($\mu\text{mho/cm}$). En el Sistema Internacional de Unidades (SI), el recíproco del ohm es el siemens (S) y la conductividad se reporta en milisiemens/metro (mS/m).

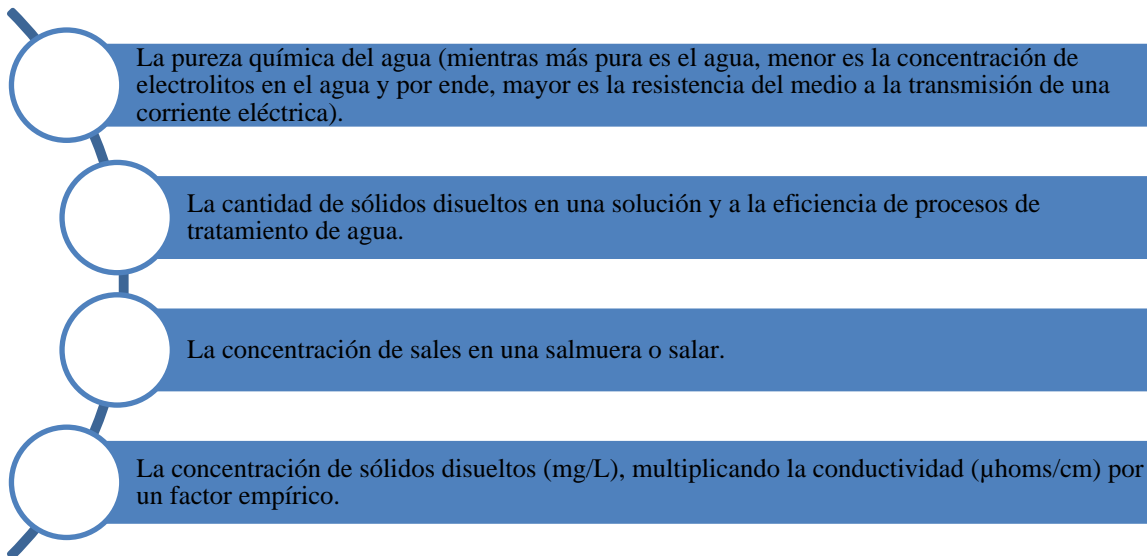
Las siguientes expresiones de conversión se utilizan para cambiar de un sistema de medidas al otro:

$$1 \text{ mS/m} = 10 \mu\text{mhos/cm}$$

$$1 \mu\text{S/cm} = 1 \mu\text{mhos/cm}$$

$$0.1 \text{ mS/m} = 1 \mu\text{mhos/cm}$$

El agua destilada en el laboratorio tiene una conductividad en el rango de: 0.5 a 3 $\mu\text{mhos/cm}$. Cuando medimos la conductividad de una muestra de agua, ésta aumenta poco después de exponerse al aire y luego de entrar en contacto con el envase utilizado para tomar la muestra. La conductividad puede relacionarse a factores que se presentan en el esquema 1-2.



Esquema 1-2: Relación con la conductividad

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

La conductividad de aguas usadas de origen doméstico puede tener valores muy cerca de los valores que presentan las fuentes de aguas locales. No obstante, algunas descargas

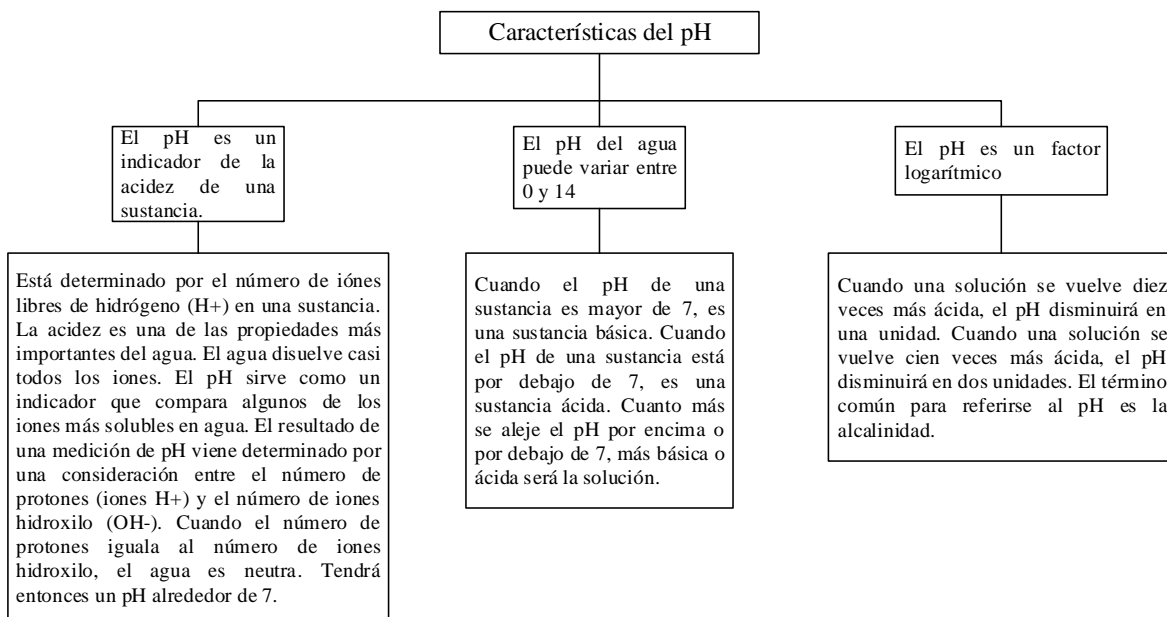
industriales tienen valores de conductividad de alrededor de 10,000 μmhos . (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

La determinación de la conductividad se realiza midiendo la resistencia eléctrica en un área de la solución definida por el diseño de la sonda. Se aplica un voltaje entre los dos electrodos que integran la sonda y que están inmersos en la solución. La caída en voltaje causada por la resistencia de la solución es utilizada para calcular la conductividad por centímetro.

El flujo de electrones entre los electrodos en una solución de electrolitos varía con la temperatura de la solución. A mayor temperatura mayor es el flujo entre los electrodos y viceversa. Se ha sugerido el uso de un factor de compensación de 0.2 (2%) por cada aumento en temperatura de un 1°C . Cuando se mide la conductividad en el campo es importante compensar las diferencias en temperatura entre las diferentes estaciones de muestreo. Algunos medidores de conductividad realizan un ajuste automático por la temperatura que presenta el medio acuoso (por ejemplo, medidor de Conductividad y Sólidos Disueltos-Hatch), mientras otros requieren que se determine primero la temperatura del medio acuoso para luego realizar un ajuste manual compensatorio por la diferencia en temperatura (ej. medidor de Salinidad y Conductividad-YSI). (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.3 pH.

La calidad del agua y el pH son a menudo mencionados en la misma frase. El pH es un factor muy importante, porque determinados procesos químicos solamente pueden tener lugar a un determinado pH. Por ejemplo, las reacciones del cloro solo tienen lugar cuando el pH tiene un valor de entre 6.5 y 8. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996). En el esquema 1-3 se describen las características presentadas por el pH.




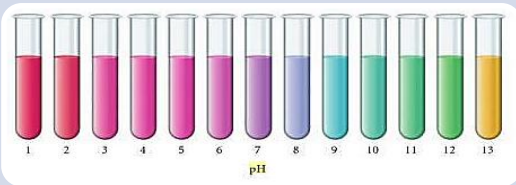
Esquema 1-3: Características del pH

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

1.3.3.1 Métodos de determinación del pH

Los métodos de medición analíticos del pH se mencionan en el esquema 1-4.





Uno de estos es usando un trozo de papel indicador del pH. Cuando se introduce el papel en una solución, cambiará de color. Cada color diferente indica un valor de pH diferente. Este método no es muy preciso y no es apropiado para determinar valores de pH exactos. Es por eso que ahora hay tiras de test disponibles, que son capaces de determinar valores más pequeños de pH, tales como 3.5 or 8.5

Un método más preciso para determinar el pH es midiendo un cambio de color en un experimento químico de laboratorio. Con este método se pueden determinar valores de pH, tales como 5.07 and 2.03

Esquema 1-4: Métodos de determinación del pH

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

Ninguno de estos métodos es apropiado para determinar los cambios de pH con el tiempo.

1.3.3.2 El electrodo de pH

Un electrodo de pH es un tubo lo suficientemente pequeño como para poder ser introducido en un tarro normal. Está unido a un pH-metro por medio de un cable. Un tipo especial de fluido se coloca dentro del electrodo; este es normalmente “cloruro de potasio 3M”.

Algunos electrodos contienen un gel que tiene las mismas propiedades que el fluido 3M. En el fluido hay cables de plata y platino. El sistema es bastante frágil, porque contiene una pequeña membrana. Los iones H^+ y OH^- entrarán al electrodo a través de esta membrana.

Los iones crearán una carga ligeramente positiva y ligeramente negativa en cada extremo del electrodo. El potencial de las cargas determina el número de iones H^+ y OH^- y cuando esto haya sido determinado el pH aparecerá digitalmente en el pH-metro. El potencial depende de la temperatura de la solución. Es por eso que el pH-metro también muestra la temperatura. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.4 Dureza.

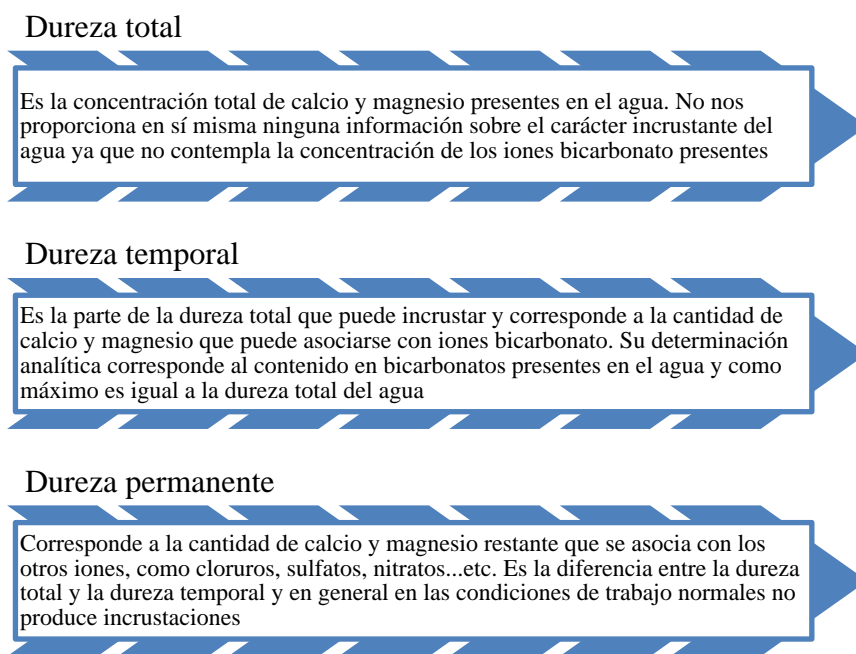
Se define la dureza total del agua como la cantidad de sales de elementos alcalino-térreos (berilio, magnesio, calcio, estroncio, bario y radio) presentes en el agua y que normalmente se asocia a la formación de incrustaciones calcáreas. Si bien el concepto de dureza incluye diversos elementos, en la práctica, la dureza de un agua se corresponde únicamente con la cantidad de calcio y magnesio existentes. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

En este sentido destaca la importancia del magnesio en la formación de incrustaciones calcáreas ya que habitualmente se tiende a asociar las incrustaciones únicamente con el calcio presente en el agua y generalmente todas las incrustaciones están constituidas por sales tanto de calcio como de magnesio.

Cuando en el agua, además de los iones calcio y magnesio también están presentes los iones bicarbonato, pueden producirse las incrustaciones calcáreas. El aumento de la temperatura y un valor de pH elevado favorecen asimismo la formación de la cal.

1.3.4.1 Tipos de dureza

En el proceso de formación de las incrustaciones calcáreas intervienen las sales de calcio y magnesio que se asocian con iones bicarbonatos; por este motivo se definen tres valores relacionados con la dureza, descritos en el esquema 1-5.



Esquema 1-5: Tipos de dureza del agua

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

1.3.4.2 Unidades de dureza

Según la Dirección Nacional de Medio Ambiente (1996) la dureza de un agua se expresa generalmente en grados franceses (°f) aunque también pueden utilizarse los grados alemanes (°d) según las siguientes fórmulas:

$$^{\circ}f = \frac{\frac{mg}{l} \text{ de calcio y magnesio expresados como } CaCO_3}{10}$$

$$^{\circ}d = \frac{\frac{mg}{l} \text{ de calcio y magnesio expresados como } OCa}{10}$$

Las concentraciones de calcio y magnesio deben expresarse en una unidad común para poderse sumar, ya que no produce la misma incrustación 1 gramo de calcio que 1 gramo de magnesio. Para ello se utiliza la expresión química “expresado como CaCO₃ (carbonato cálcico)” o “expresado como CaO (óxido cálcico)”.

En el cálculo de los °f, Para transformar la concentración de ion calcio (Ca²⁺) en carbonato cálcico se debe dividir dicho valor por 20 (peso equivalente del ion calcio) y multiplicar por 50 (peso equivalente del carbonato cálcico). Para transformar la concentración de ion magnesio (Mg²⁺) en carbonato cálcico se ha de dividir dicho valor por 12.15 (peso equivalente del ion magnesio) y multiplicar por 50 (peso equivalente del carbonato cálcico).

Finalmente, para pasar de grados franceses a alemanes y viceversa se pueden utilizar las siguientes fórmulas:

$$^{\circ}f \xrightarrow{\text{multiplicar por } 0.56} ^{\circ}d$$

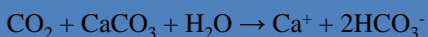
$$^{\circ}d \xrightarrow{\text{dividir por } 0.56} ^{\circ}f$$

Como regla nemotécnica un agua siempre tiene más grados franceses que alemanes de dureza.

1.3.5 Alcalinidad

La alcalinidad del agua se puede definir como una medida de su capacidad para neutralizar ácidos. En las aguas naturales, esta propiedad se debe principalmente a la presencia de ciertas sales de ácidos débiles, aunque también puede contribuir la presencia de bases débiles y fuertes. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996). Estos contribuyentes de la alcalinidad se describen en el esquema 1-6.

Los compuestos que más contribuyen a la alcalinidad son los bicarbonatos, puesto que se forman fácilmente por la acción del dióxido de carbono atmosférico sobre los materiales constitutivos de los suelos en presencia de agua, a través de la siguiente reacción:



Es decir que las aguas adquieren su alcalinidad por medio de la disolución de minerales básicos carbonatados, los que además aportan al medio sus cationes mayoritarios, como Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ y K^+

Los silicatos suelen también hacer una contribución significativa a la alcalinidad total de las aguas naturales, debiendo su presencia esencialmente a la meteorización de feldespatos.

Contribuyentes a la alcalinidad

Por otra parte, otros aniones mayoritarios existentes en las aguas naturales (con excepción de carbonatos y bicarbonatos) provenientes de la disolución de sales minerales como los sulfatos y cloruros apenas tienen incidencia en la alcalinidad total

En general podría decirse que en promedio el 80 % de la alcalinidad de un agua natural proviene de la disolución de rocas carbonatadas, en tanto que el 20 % restante se origina por la meteorización de alúmino-silicatos (o feldespatos).

Esquema 1-6: Contribuyentes a la alcalinidad

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

Una consecuencia de la presencia de un cierto grado de alcalinidad en el agua se refleja en la capacidad de la misma de mantener su pH relativamente estable ante el agregado de un ácido, lo que es conocido como efecto tampón o buffer.

La determinación cuantitativa de la alcalinidad del agua se logra fácilmente por titulación con una solución de ácido sulfúrico de normalidad conocida y utilizando fenolftaleína y verde de bromocresol como indicadores, dependiendo esto del pH inicial de la muestra en análisis. Habitualmente, el contenido de alcalinidad se expresa en mg/l (miligramos por litro) o ppm (partes por millón) de carbonato de calcio (CaCO_3).

La determinación de la alcalinidad reviste suma importancia en los procesos de potabilización del agua ya que la eficiencia del proceso de coagulación depende fuertemente de este parámetro; asimismo, en el antiguo proceso de ablandamiento químico del agua la

medida de la alcalinidad es fundamental para determinar las cantidades necesarias de cal y carbonato de sodio para lograr la precipitación de las sales de calcio y magnesio. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.6 Sólidos disueltos totales o salinidad

La cantidad de sólidos disueltos totales (TDS) es uno de los principales indicadores de la calidad del agua. El TDS es el total de sales disueltas y se puede expresar en mg/l, g/m³ o ppm (mg/l). El hecho de que el agua tenga sales en disolución, hace que ésta sea conductiva a la electricidad. Así un agua con muchas sales, es muy conductiva y la medida de la conductividad nos permite evaluar de una forma rápida la salinidad del agua. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Las sales más frecuentes en el agua son las de calcio, magnesio y sodio. En aguas no salobres, el 90 % del contenido de sales en el agua, son por presencia de calcio y magnesio. Además dicho calcio y magnesio son molestos en la utilización del agua.

La salinidad del agua es contenido total de sales. Así la cantidad de cloruro sódico es una parte de esta salinidad y la dureza del agua (sales de magnesio y calcio) es otra parte de la salinidad del agua.

Para determinar el TDS a partir de la conductividad se debe multiplicar dicha conductividad por un factor. Con lo cual, a partir del valor de la conductividad podemos hacernos una idea del valor aproximado de la dureza en °f y en ppm de CaCO₃.

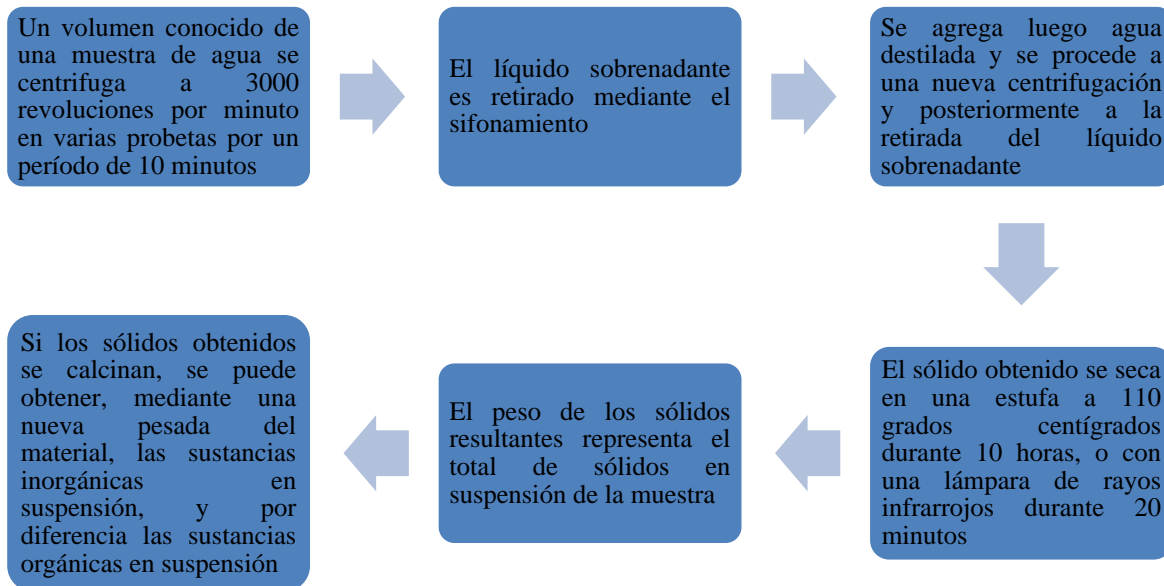
La medición de la dureza del agua con conductímetros o medidores de TDS debe realizarse antes de tratamientos de descalcificación de agua. Durante el proceso de descalcificación de agua los carbonatos son sustituidos por sodio, lo que no altera la concentración total de sólidos disueltos pero disminuye la dureza del agua. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.7 Total de sólidos en suspensión

Se entiende por Total de sólidos en suspensión o TSS a un parámetro utilizado en la calificación de la calidad del agua y en el tratamiento de aguas residuales. Indica la cantidad de sólidos (medidos habitualmente en miligramos por litro - mg/l), presentes, en suspensión y que pueden ser separados por medios mecánicos, como por ejemplo la filtración en vacío, o la centrifugación del líquido. Algunas veces se asocia a la turbidez del agua. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.7.1 Determinación del total de sólidos en suspensión

En el esquema 1-7 se resumen los pasos a seguir para determinar la concentración del total de sólidos suspendidos.

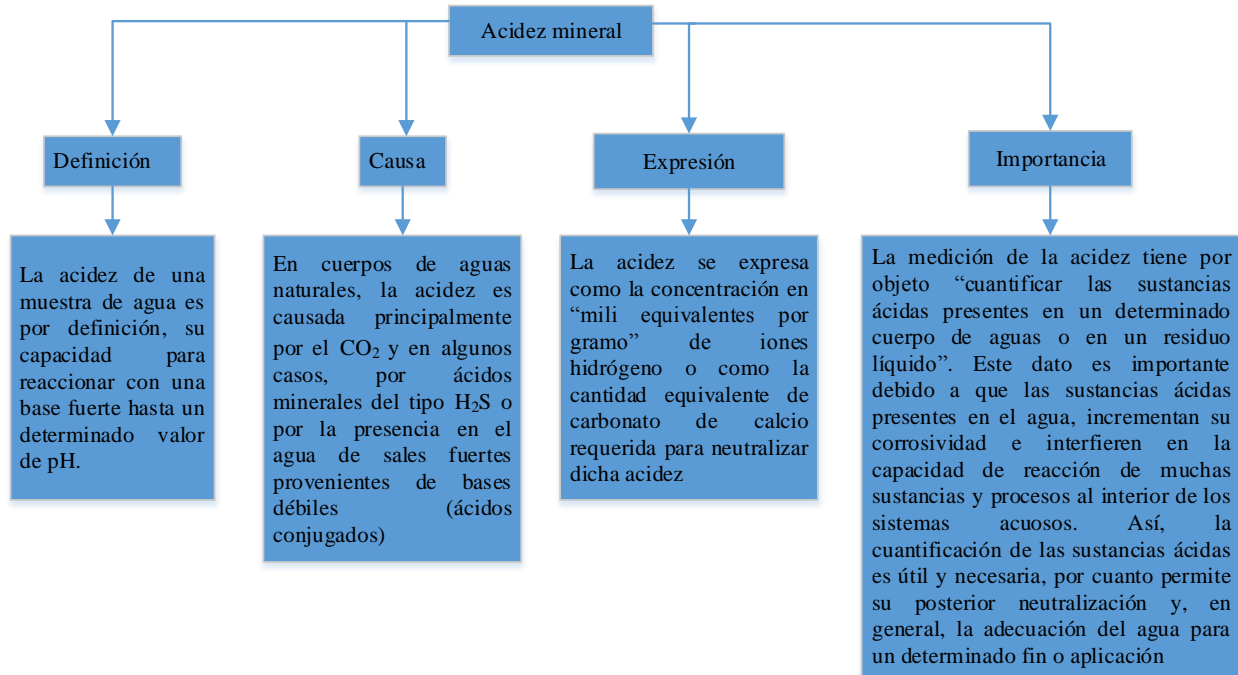


Esquema 1-7: Determinación del total de sólidos suspendidos

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

1.3.8 Acidez mineral

En el esquema 1-8 se define la acidez mineral, sus causas en cuerpos de agua, sus unidades y la importancia de medición.



Esquema 1-8: Definición de acidez mineral

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

La acidez en el agua puede estar asociada a la presencia de ácidos débiles tales como el dióxido de carbono, a la presencia de ácidos fuertes como el sulfúrico, clorhídrico y nítrico y a la presencia de sales fuertes que provienen de bases débiles, tales como las de amonio (NH_4^+), hierro III (Fe^{3+}) y aluminio III (Al^{3+}). Aunque la acidez del CO_2 tiene poca importancia desde el punto de vista de la potabilidad, desde el punto de vista industrial es muy importante debido al poder corrosivo de las sustancias ácidas presentes en el agua. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

La forma más frecuente de medir la acidez es mediante titulación con una base fuerte (generalmente hidróxido de sodio 0.020 N), utilizando como indicadores el “naranja de metilo”

(viraje de naranja a amarillo cuando el pH pasa de 3.1 a 4.4) o el “azul de bromofenol” (viraje de amarillo a violeta cuando el pH pasa de 3.0 a 4.6) para la determinación de la “acidez mineral” y la fenolftaleína (viraje de transparente a fucsia cuando el pH pasa de 8.0 a 9.0) para la determinación de la “acidez carbonácea”.

Debido a que el pH del agua a saturación con CO_2 y a una atmósfera de presión es del orden de 4.5, cualquier sistema acuoso cuyo pH sea inferior a 4, deberá contener alguna sustancia ácida adicional, distinta del bióxido de carbono. La concentración de esa sustancia ácida adicional se conoce y mide como “acidez mineral”, por titulación con hidróxido de sodio, desde el valor de pH que tenga la muestra, hasta un pH de 4.5. Los indicadores más apropiados para esta medición son el “naranja de metilo” y el “azul de bromofenol”.

Sin embargo, en un sistema acuoso natural cuyo pH este comprendido entre 4 y 6, puede asumirse que la acidez de la muestra se debe casi que exclusivamente a la concentración del CO_2 en el agua. Esta acidez se conoce como “acidez carbonácea” y se mide mediante titulación con hidróxido de sodio, utilizando como indicador la fenolftaleína.

La sumatoria de estas dos mediciones, expresada en términos de miligramos de carbonato de calcio por litro de solución, se conoce como acidez total. En general, son pocos los cuerpos de aguas naturales que poseen acidez mineral y carbonácea simultáneamente, algo que si es frecuente en aguas residuales industriales; la acidez carbonácea es con mucho, la forma más frecuente de acidez en el agua.

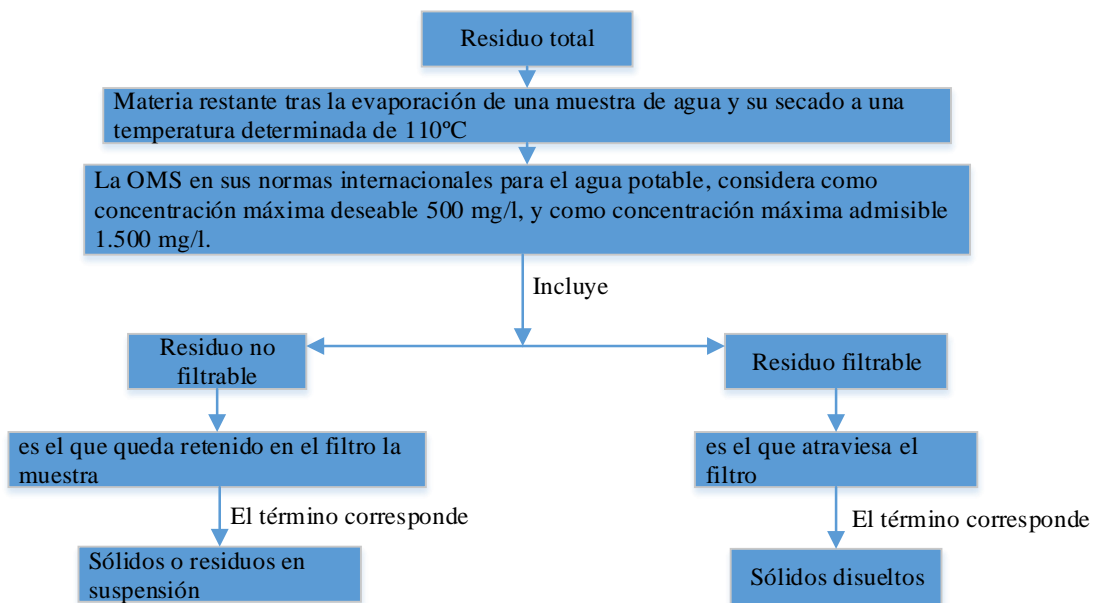
En las plantas de purificación y tratamiento de aguas el neutralizante básico más común es el hidróxido de calcio y un “equivalente—gramo” de esta sustancia corresponde a 37 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Así, una fuente de aguas cuya acidez medida en el laboratorio da como resultado 1,0 mili equivalentes-gramo, es un tipo de agua que requiere de la adición de 37 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ por cada metro cúbico de agua, para su neutralización total. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.9 Residuo seco

En términos generales, hablamos de "residuo" cuando nos referimos a la materia sólida en suspensión o disuelta en el agua. El residuo puede afectar sensiblemente a la calidad de un agua y, por tanto, limitar sus usos. Las aguas altamente mineralizadas con elevado residuo son peor aceptadas para bebidas, comunican sabor al agua y pueden producir irritación gastrointestinal en usos domésticos y algunos usos industriales específicos. Por estas razones, la reglamentación técnico-sanitaria española incluye el residuo seco a 110°C como carácter físico-químico, estableciendo como valor orientador de calidad un contenido hasta 750 mg/l de agua y como límite máximo tolerable hasta 1,500 mg/l de agua. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

En función de las condiciones en que se llevan a cabo la determinación del residuo, éste recibe varias denominaciones. En el esquema 1-9 se explica la definición de residuo total.

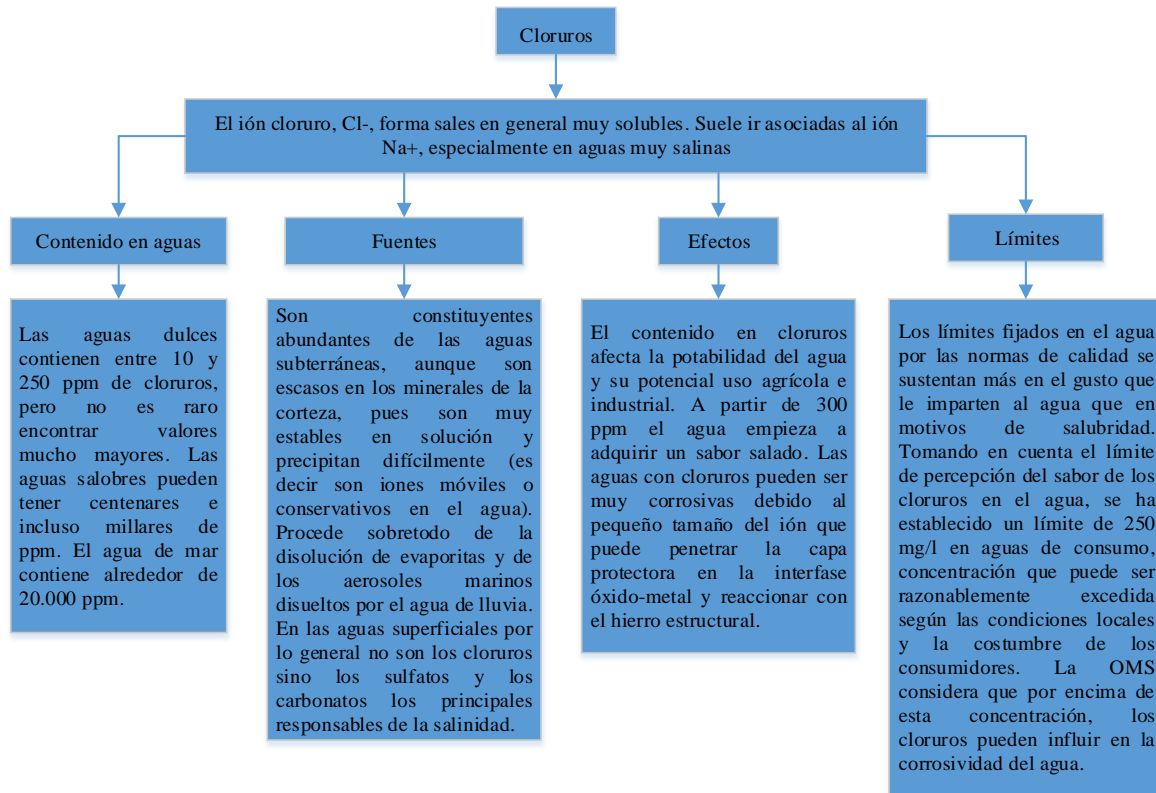


Esquema 1-9: Definición de residuo total

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

1.3.10 Cloruros

En el esquema 1-10 se presenta la definición de cloruros donde se explica su contenido en las aguas, la fuente, sus efectos y los límites permisibles.



Esquema 1-10: Definición de cloruro

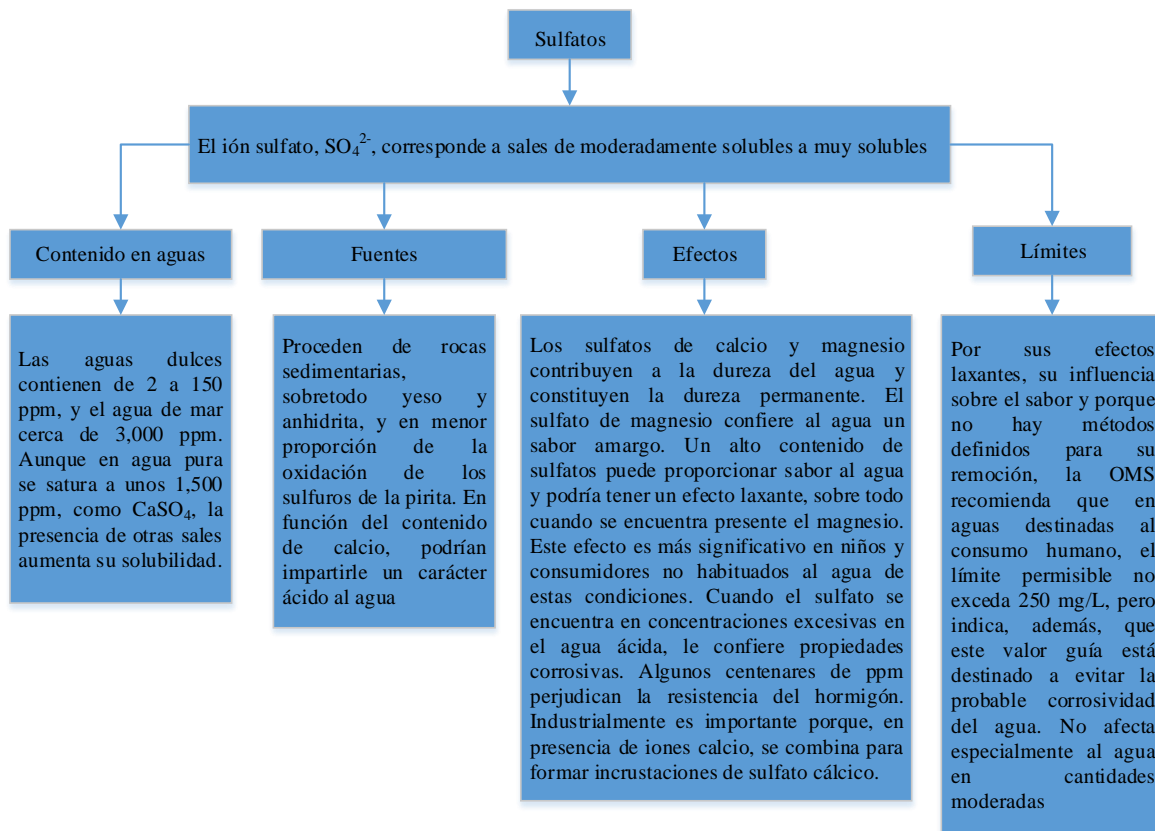
Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

El ion cloruro se valora con nitrato de plata usando cromato potásico como indicador. Por sus características químicas y la gran solubilidad de la mayoría de los cloruros, su remoción requiere métodos sofisticados y costosos, muchos de ellos impracticables, especialmente cuando se trata de volúmenes relativamente altos. Se separa por intercambio iónico, aunque es menor retenido que los iones polivalentes, por lo cual las aguas de alta pureza requieren un pulido final. El método tradicional, que puede resultar más eficiente y práctico, es el de la destilación. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Este parámetro sirve también para detectar vertidos industriales, cuando su concentración presente oscilaciones fuertes o valores distintos a los que corresponden a vertidos netamente urbanos.

1.3.11 Sulfatos

En el esquema 1-11 se presenta la definición de sulfatos donde se explica su contenido en las aguas, la fuente, sus efectos y los límites permisibles.



Esquema 1-11: Definición de sulfato

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

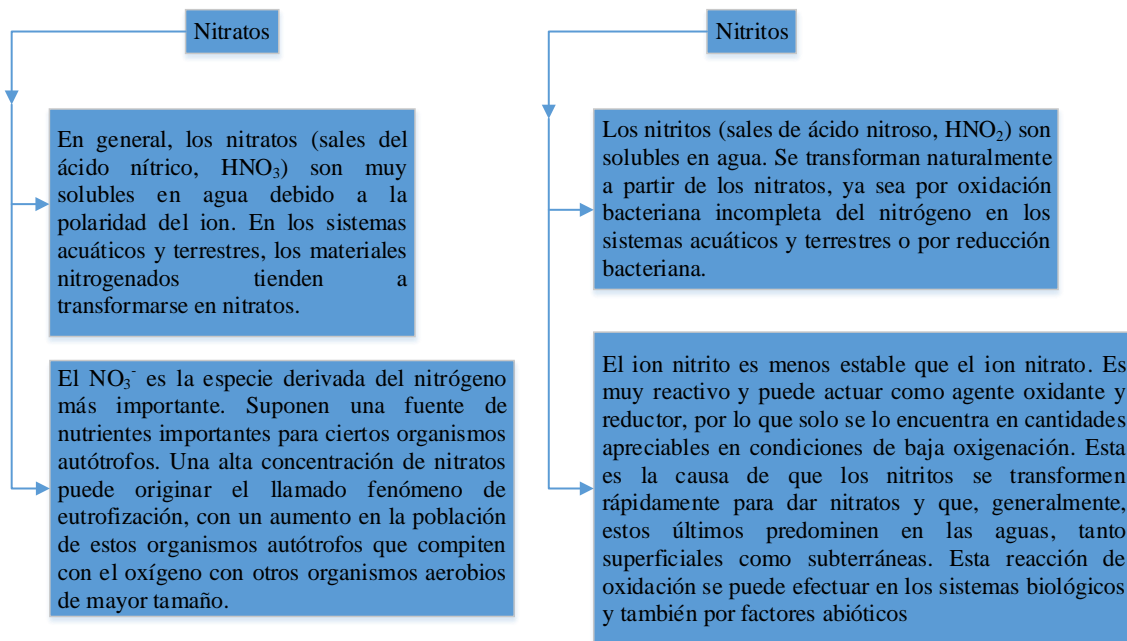
La remoción de sulfato puede resultar costosa y requerir métodos complicados, por lo cual es preferible elegir fuentes naturales con niveles de sulfato por debajo de los límites aconsejados. El método más empleado para realizar su eliminación es por intercambio iónico.

La determinación analítica por gravimetría con cloruro de bario es la más segura. Si se emplean métodos complejométricos, hay que estar seguro de evitar las interferencias. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.12 Nitritos y nitratos

El nitrógeno es un nutriente importante para el desarrollo de los animales y las plantas acuáticas. Por lo general, en el agua se lo encuentra formando amoníaco (NH_3), nitratos (NO_3^-) y nitritos (NO_2^-). (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996) Su definición general de nitratos y nitritos en el esquema 1-12.

Si un recurso hídrico recibe descargas de aguas residuales domésticas, el nitrógeno estará presente como nitrógeno orgánico amoniacal, el cual, en contacto con el oxígeno disuelto, se irá transformando por oxidación en nitritos y nitratos. Este proceso de nitrificación depende de la temperatura, del contenido de oxígeno disuelto y del pH del agua.



Esquema 1-12: Nitratos y nitritos

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

La concentración de nitratos, al igual que la de nitritos está relacionada con la posterior aparición de algas y para uso de consumo puede provocar metahemoglobinemia o la llamada enfermedad del bebé azul.

Después de la absorción, tanto nitratos como nitritos se distribuyen con rapidez a todos los tejidos. Una vez en la sangre, el nitrito reacciona con el ion ferroso (Fe^{2+}) de la desoxihemoglobina y forma metahemoglobina, en la cual el hierro se encuentra en estado férrico (Fe^{3+}), por lo que es incapaz de transportar el oxígeno. Por ello se relaciona al nitrito con una anomalía en la sangre de los niños (metahemoglobinemia) por la ingestión de aguas con un contenido mayor de 10 mg/l de nitratos (como N) y como resultado de la conversión de nitrato en nitrito. La mayor parte de estos casos se asocian a aguas que contienen más de 45 mg/l de nitrato (10 mg/l como N-NO_3). (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Aunque se ha comprobado que bebés menores de 6 meses que ingieren nitratos en concentraciones altas pueden morir si no reciben tratamiento inmediato, es importante anotar que no todos los niños que ingieren aguas con altos contenidos de nitratos (10 mg/l o más) necesariamente desarrollan la enfermedad. Para ello se requiere una predisposición natural. En este caso, la edad es un factor determinante, porque rara vez se presenta en niños de más de seis meses y mucho menos en adultos.

El uso excesivo de fertilizantes nitrogenados, incluyendo el amoníaco, y la contaminación causada por la acumulación de excretas humanas y animales pueden contribuir a elevar la concentración de nitratos en agua. Generalmente, los nitratos son solubles, por lo que son movilizados con facilidad de los sedimentos por las aguas superficiales y subterráneas.

La presencia de nitratos y nitritos no es extraña, especialmente en aguas almacenadas en cisternas en comunidades rurales.

Las aguas normales contienen menos de 10 ppm de NO_3^- , y el agua de mar hasta 1 ppm, pero las aguas contaminadas, principalmente por fertilizantes, pueden llegar a varios centenares de ppm. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Aunque la toxicidad relativa de los nitratos es bien conocida, es difícil establecer cuál es el nivel de una dosis nociva. Los nitritos tienen mayor efecto nocivo que los nitratos, pero como generalmente en las aguas naturales no se presentan niveles mayores de 1 mg/l y la oxidación con cloro los convierte en nitratos, el problema prácticamente queda solucionado.

Los métodos tradicionales de floculación e incluso ablandamiento con cal no son efectivos para la remoción de nitratos. El más eficiente es el de resinas de intercambio iónico, que puede remover concentraciones tan altas como 30 mg/l y reducirlas hasta 0,5 mg/l en procesos continuos, pero no es un método económico en los procesos de potabilización en grandes volúmenes. Están en desarrollo procesos de eliminación biológicos.

Tanto el amonio, como los nitritos y nitratos se pueden determinar mediante espectrofotometría (absorción de la radiación UV por el ion nitrato) o empleando electrometría de electrodos selectivos.

Por sus efectos adversos para la salud de los lactantes y porque no se tienen procesos definitivos para su remoción, el contenido de nitratos en aguas de consumo público no debe exceder, según la EPA, de 10 mg/l. Puesto que los nitritos tienen un efecto tóxico superior a los nitratos, el contenido no debe exceder de un mg/l; en ambos casos, medidos como nitrógeno.

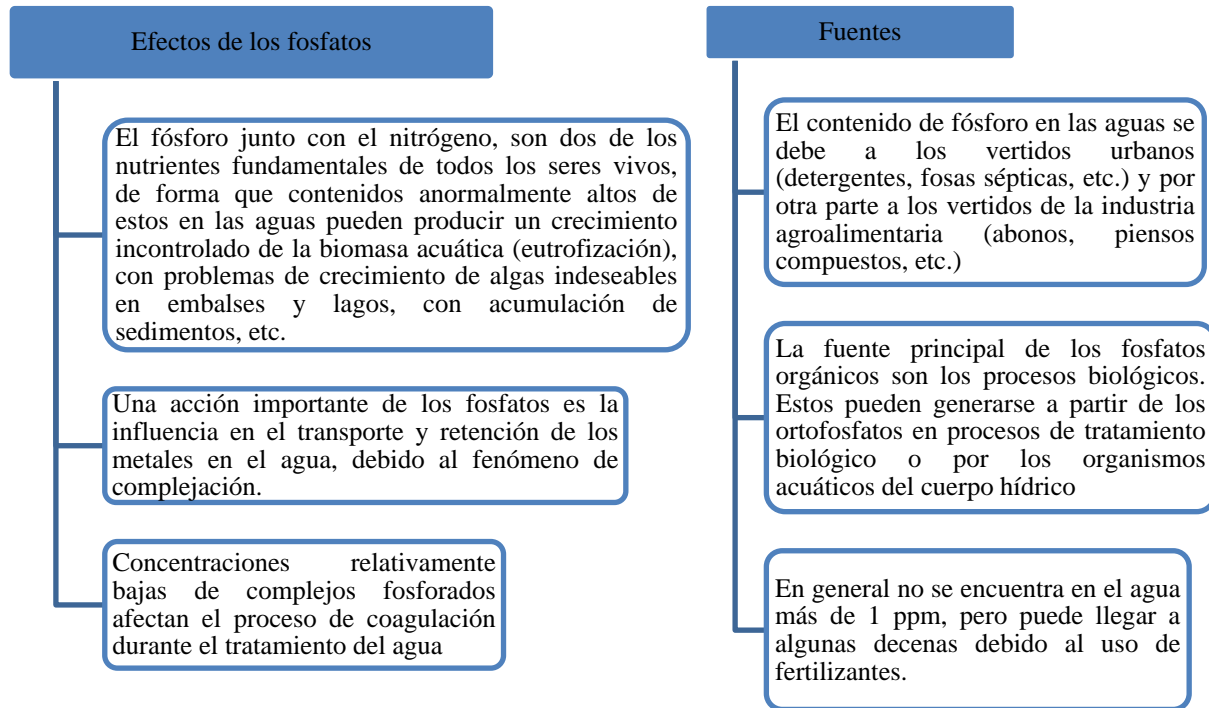
La OMS citada por la Dirección Nacional de Medio Ambiente (1996) establece un valor guía provisional de 50 mg/l (N- NO₃) y 3 mg/l (N- NO₂).

1.3.13 Fosfatos

El ion fosfato, PO₄³⁻, en general forma sales muy poco solubles y precipita fácilmente como fosfato cálcico. Al corresponder a un ácido débil, contribuye a la alcalinidad de las aguas.

Las especies químicas de fósforo más comunes en el agua son los ortofosfatos, los fosfatos condensados (piro-, meta- y polifosfatos) y los fosfatos orgánicos. Estos fosfatos pueden estar solubles como partículas de detritus o en los cuerpos de los organismos acuáticos.

(Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996). En el esquema 1-13 se describen los efectos y las fuentes de los iones fosfatos.



Esquema 1-13: Efectos y fuentes de los fosfatos

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

No suele determinarse en análisis de rutina, pero puede hacerse colorimétricamente o por espectrofotometría, siendo necesaria la digestión previa de los polifosfatos (constituyentes de los detergentes) en fosfatos, para su análisis posterior.

Para una buena interpretación de la presencia de fosfatos en las fuentes de aguas crudas, es recomendable la diferenciación analítica de las especies químicas existentes en ellas.

Las normas de calidad de agua no han establecido un límite definitivo. Sin embargo, es necesario estudiar la concentración de fosfatos en el agua, su relación con la productividad biológica y los problemas que estos pueden generar en el proceso de filtración y en la producción de olores. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.14 Oxígeno disuelto

El Oxígeno disuelto (OD) es la cantidad de oxígeno que está disuelta en el agua. Es un indicador de que tan contaminada está el agua o de lo bien que puede dar soporte esta agua a la vida vegetal y animal. Generalmente, un nivel más alto de oxígeno disuelto indica agua de mejor calidad. Si los niveles de oxígeno disuelto son demasiado bajos, algunos peces y otros organismos no pueden sobrevivir. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

El oxígeno disuelto en el agua proviene del oxígeno en el aire que se ha disuelto en el agua, por lo que están muy influidos por las turbulencias del río (que aumentan el OD) o ríos sin velocidad (en los que baja el OD). Parte del oxígeno disuelto en el agua es el resultado de la fotosíntesis de las plantas acuáticas, por lo que ríos con muchas plantas en días de sol pueden presentar sobresaturación de OD. Otros factores como la salinidad, o la altitud (debido a que cambia la presión) también afectan los niveles de OD.

Además, la cantidad de oxígeno que puede disolverse en el agua (OD) depende de la temperatura. El agua más fría puede contener más oxígeno en ella que el agua más caliente. Los niveles de oxígeno disuelto típicamente pueden variar de 7 y 12 partes por millón (ppm o mg/l). A veces se expresan en términos de Porcentaje de Saturación. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Los niveles bajos de OD pueden encontrarse en áreas donde el material orgánico (vertidos de depuradoras, granjas, plantas muertas y materia animal) está en descomposición. Las bacterias requieren oxígeno para descomponer desechos orgánicos y, por lo tanto, disminuyen el oxígeno del agua.

1.3.15 Potasio

El ion potasio, K^+ , corresponde a sales de solubilidad muy elevada y difíciles de precipitar. Las aguas dulces no suelen contener más de 10 ppm y el agua de mar contiene alrededor de 400 ppm, por lo cual es un catión mucho menos significativo que el sodio.

Procede sobretodo de evaporitas y también de algunos silicatos, en el agua es 10 veces menos abundante que en la corteza pues queda retenido en las arcillas de alteración de los silicatos.

Su determinación se hace por fotometría de llama. En los análisis rutinarios se asimila al sodio. Se elimina por intercambio iónico. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.16 Calcio

El ion calcio, Ca^{2+} , forma sales moderadamente solubles a muy insolubles. Es un elemento abundante en los materiales que componen la corteza terrestre (calcita, dolomita, yesos, en las rocas ígneas y metamórficas forma parte de las plagioclasas, anfíboles, piroxenos, etc.) y por tanto, en la aguas subterráneas. Precipita fácilmente como carbonato cálcico (CaCO_3); también puede sufrir reacciones de intercambio iónico. Contribuye de forma muy especial a la dureza del agua y a la formación de incrustaciones. Además es un elemento muy móvil, en aguas naturales suele estar en proporciones de 10 a 250 mg/l, o incluso 600 mg/l. El agua de mar contiene unos 400 mg/l.

La eliminación del calcio se realiza por precipitación e intercambio iónico. Se determina analíticamente por complejometría con ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) o ácido nitrilotriacético (NTA). (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.17 Magnesio

El ion magnesio, Mg^{2+} , tiene propiedades muy similares a las del ion calcio, pero sus sales son, en general, más solubles y difíciles de precipitar; por el contrario, su hidróxido, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, es menos soluble. Las aguas dulces suelen contener entre 10 y 100 mg/l, y el agua de mar contiene unos 1,300 mg/l. Cuando el contenido en agua alcanza varios centenares, le da un sabor amargo y propiedades laxantes, que pueden afectar su potabilidad. Contribuye a la dureza

del agua y a pH alcalino puede formar incrustaciones de hidróxido. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

- Su determinación analítica se realiza por complejometría.
- Se puede precipitar como hidróxido, pero su eliminación se realiza fundamentalmente por intercambio iónico.

1.3.18 Hierro

Procede de menas metálicas y también es frecuente en silicatos. En las aguas subterráneas el hierro se encuentra en forma de Fe^{2+} en condiciones de potencial redox bajo. Si el potencial redox sube, el Fe^{2+} pasa a Fe^{3+} que precipita. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

El hierro es un constituyente normal del organismo humano (forma parte de la hemoglobina). Por lo general, sus sales no son tóxicas en las cantidades comúnmente encontradas en las aguas naturales.

La presencia de hierro puede afectar el sabor del agua, producir manchas indelebles sobre los artefactos sanitarios y la ropa blanca. También puede formar depósitos en las redes de distribución y causar obstrucciones, así como alteraciones en la turbiedad y el color del agua.

Tiene gran influencia en el ciclo de los fosfatos, lo que hace que su importancia sea muy grande desde el punto de vista biológico. En la naturaleza se presenta en dos formas: asimilable y no asimilable.

En las aguas superficiales, el hierro puede estar también en forma de complejos organoférricos y, en casos raros, como sulfuros. Es frecuente que se presente en forma coloidal en cantidades apreciables.

Las sales solubles de hierro son, por lo general, ferrosas (Fe^{2+}) y la especie más frecuente es el bicarbonato ferroso: $\text{Fe}(\text{HCO}_3)_2$. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

En contacto con el oxígeno disuelto en el agua, las sales ferrosas se convierten en férricas por oxidación y se precipitan en forma de hidróxido férrico. Esta precipitación es inmediata con un pH superior a 7.5.

Con un pH mayor de 2.2, el hidróxido férrico es insoluble. El ion ferroso lo es con un pH mayor de 6. De acuerdo con ello, las aguas subterráneas —que, por estar fuera del contacto con el aire, se encuentran en un medio natural fuertemente reductor— podrán tener en solución cantidades notables de hierro ferroso. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Este metal en solución contribuye con el desarrollo de microorganismos que pueden formar depósitos molestos de óxido férrico en la red de distribución. Se determina analíticamente por colorimetría y espectrofotometría de absorción atómica, dando el hierro total que incluye las formas solubles, coloidal y en suspensión fina.

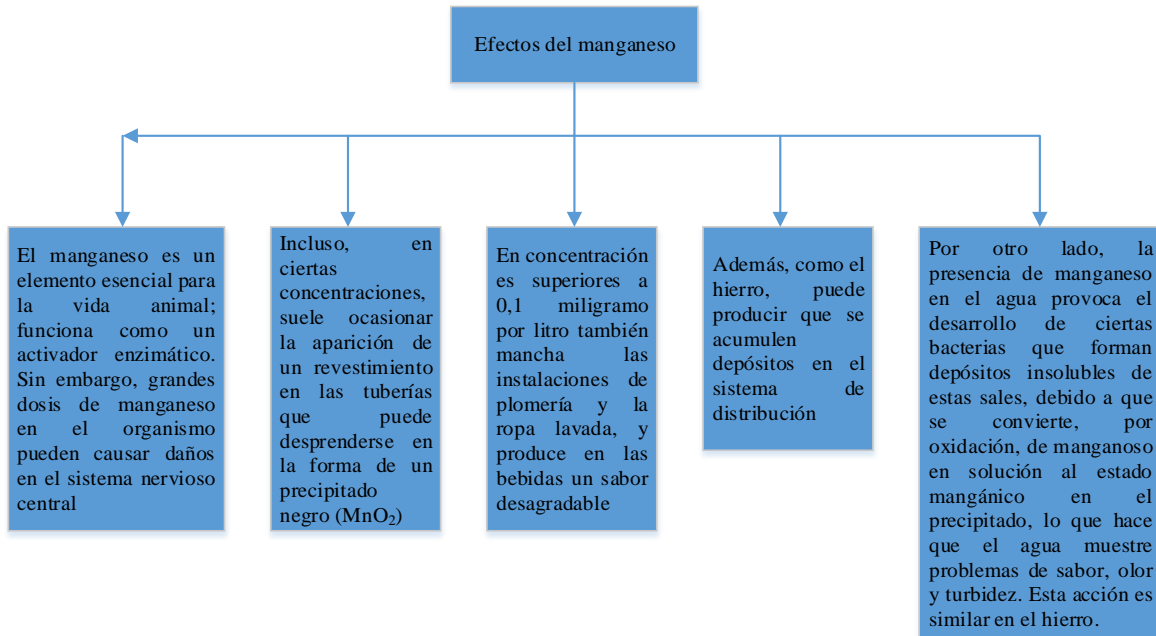
La remoción del hierro de las aguas crudas superficiales es relativamente fácil con los procesos comunes de remoción de la turbiedad, mediante los cuales su concentración puede bajar de 10 a 0,3 mg/l, que es la concentración recomendada para el agua de consumo. Por aeración del agua la forma ferrosa pasa a férrica y precipita, o bien se elimina por coagulación y filtración. También se puede emplear el intercambio catiónico. Sin embargo, es posible que haya problemas si el hierro está presente en complejos orgánicos inestables.

Por consideraciones de sabor y debido a que los tratamientos convencionales pueden eliminar el hierro en estado férrico pero no el hierro soluble Fe^{+2} , las guías de calidad de la OMS recomiendan que en las aguas destinadas al consumo humano no se sobrepase 0.3 mg/l de hierro. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.19 Manganeso.

Tiene un comportamiento similar al Fe, con tres estados de valencia (+2, +3 y +4). En las aguas normalmente lo encontramos como Mn^{2+} , en condiciones oxidantes pasa a Mn^{4+} y precipita como MnO_2 . Igual que el hierro, forma compuestos orgánicos estables.

Su presencia no es común en el agua, pero cuando se presenta, por lo general está asociado al hierro. Rara vez el agua contiene más de 1 mg/l, y entonces requiere un pH ácido. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996). En el esquema 1-14 se exponen los efectos del manganeso.



Esquema 1-14: Efectos del manganeso

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

Se determina por oxidación a permanganato y colorimetría de la solución oxidada y espectrometría de absorción atómica

Por lo general, en el agua es más difícil de controlar el manganeso que el hierro. Su remoción se realiza formando sales insolubles, para lo cual, en muchos casos, es necesario el uso de oxidantes y un pH alto.

Las Guías de Calidad para Aguas de Consumo Humano de la OMS establecen como valor provisional 0.5 mg/l, pero algunos países recomiendan una concentración diez veces menor: 0.05 mg/l, por consideraciones principalmente relacionadas con el sabor y el olor del agua. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.20 Amonio

El amonio presente en el medio ambiente procede de procesos metabólicos, agropecuarios e industriales, así como de la desinfección con cloramina. El amonio es un indicador de posible contaminación del agua con bacterias, aguas residuales o residuos de animales. Las concentraciones naturales en aguas subterráneas y superficiales suelen ser menores que 0,2 mg/l, pero las aguas subterráneas anaerobias pueden contener hasta 3 mg/l y la ganadería intensiva puede generar concentraciones mucho mayores en aguas superficiales.

La presencia de amonio en el agua de consumo no tiene repercusiones inmediatas sobre la salud, de modo que no se propone un valor de referencia basado en efectos sobre la salud; no obstante, el amoniaco puede reducir la eficiencia de la desinfección, ocasionar la formación de nitrito en sistemas de distribución, obstaculizar la eliminación de manganeso mediante filtración y producir problemas organolépticos (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.21 Níquel

Símbolo Ni, número atómico 28, metal duro, blanco plateado, dúctil y maleable. La masa atómica del níquel presente en la naturaleza es 58.71.

El níquel tiene cinco isótopos naturales con masas atómicas de 58, 60, 61, 62, 64. También se han identificado siete isótopos radiactivos, con números de masa de 56, 57, 59, 63, 65, 66 y 67. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

La mayor parte del níquel comercial se emplea en el acero inoxidable y otras aleaciones resistentes a la corrosión. También es importante en monedas como sustituto de la plata. El níquel finamente dividido se emplea como catalizador de hidrogenación.

El níquel es un elemento bastante abundante, constituye cerca de 0.008% de la corteza terrestre y 0.01% de las rocas ígneas. En algunos tipos de meteoritos hay cantidades apreciables de níquel, y se piensa que existen grandes cantidades en el núcleo terrestre. Dos minerales importantes son los sulfuros de hierro y níquel, pentlandita y pirrotita $(\text{Ni, Fe})_x\text{S}_y$; el mineral garnierita, $(\text{Ni, Mg})\text{SiO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, también es importante en el comercio. El níquel se presenta en pequeñas cantidades en plantas y animales. Está presente en pequeñas cantidades en el agua de mar, el petróleo y en la mayor parte del carbón.

El níquel metálico es fuerte y duro (3.8 en la escala de Mohs), Cuando está finamente dividido, es de color negro. La densidad del níquel es 8.90 veces la del agua a 20°C (68°F); se funde a 1455°C (2651°F) y hierve a 2840°C (5144°F); es sólo moderadamente reactivo. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Resiste la corrosión alcalina y no se inflama en trozos grandes, pero los alambres muy finos pueden incendiarse. Está por encima del hidrógeno en la serie electroquímica; se disuelve con lentitud en ácidos diluidos liberando hidrógeno. En forma metálica es un agente reductor fuerte.

El níquel es bi-positivo en sus compuestos, pero también puede existir en los estados de oxidación 0, 1+, 3+, 4+. Además de los compuestos simples o sales, el níquel forma una variedad de compuestos de coordinación o complejos. La mayor parte de los compuestos de níquel son verdes o azules a causa de la hidratación o de la unión de otros ligandos al metal. El ion níquel presente en soluciones acuosas de compuestos simples es a su vez un complejo, el $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$.

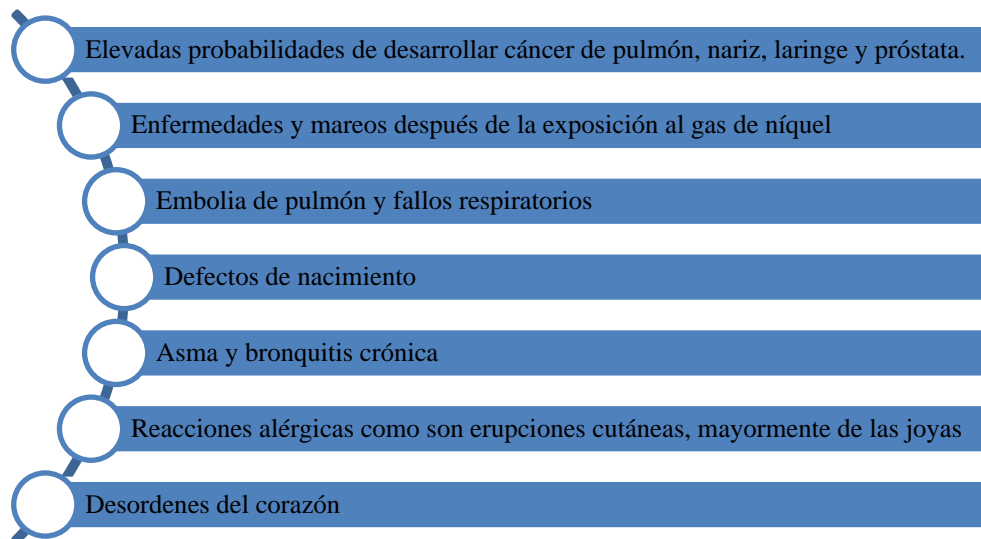
1.3.21.1 Efectos del níquel sobre la salud

Los humanos pueden ser expuestos al níquel al respirar el aire, beber agua, comer comida o fumar cigarrillos. El contacto de la piel con suelo contaminado por níquel o agua puede también resultar en la exposición al níquel. En pequeñas cantidades el níquel es esencial, pero cuando es tomado en muy altas cantidades este puede ser peligroso para la salud humana. La toma de altas cantidades de níquel tiene consecuencias en la salud humana que son expuestas en el esquema 1-15. En la tabla 1-7 se presentan las fuentes que contiene níquel.

Tabla 1-7: Fuentes de níquel

Fuentes de níquel		
El níquel es un elemento que ocurre en el ambiente sólo en muy pequeños niveles. Los humanos usan el níquel para muchas aplicaciones diferentes. La aplicación más común del níquel es el uso como ingrediente del acero y otros productos metálicos. Este puede ser encontrado en productos metálicos comunes como es la joyería.	Los alimentos naturalmente contienen pequeñas cantidades de níquel. El chocolate y las grasas son conocidos por contener altas cantidades. El níquel es tomado y este aumentará cuando la gente come grandes cantidades de vegetales procedentes de suelos contaminados.	Es conocido que las plantas acumulan níquel y como resultado la toma de níquel de los vegetales será eminente. Los fumadores tienen un alto grado de exposición al níquel a través de sus pulmones. Finalmente, el níquel puede ser encontrado en detergentes

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA



Esquema 1-15: Efectos del níquel

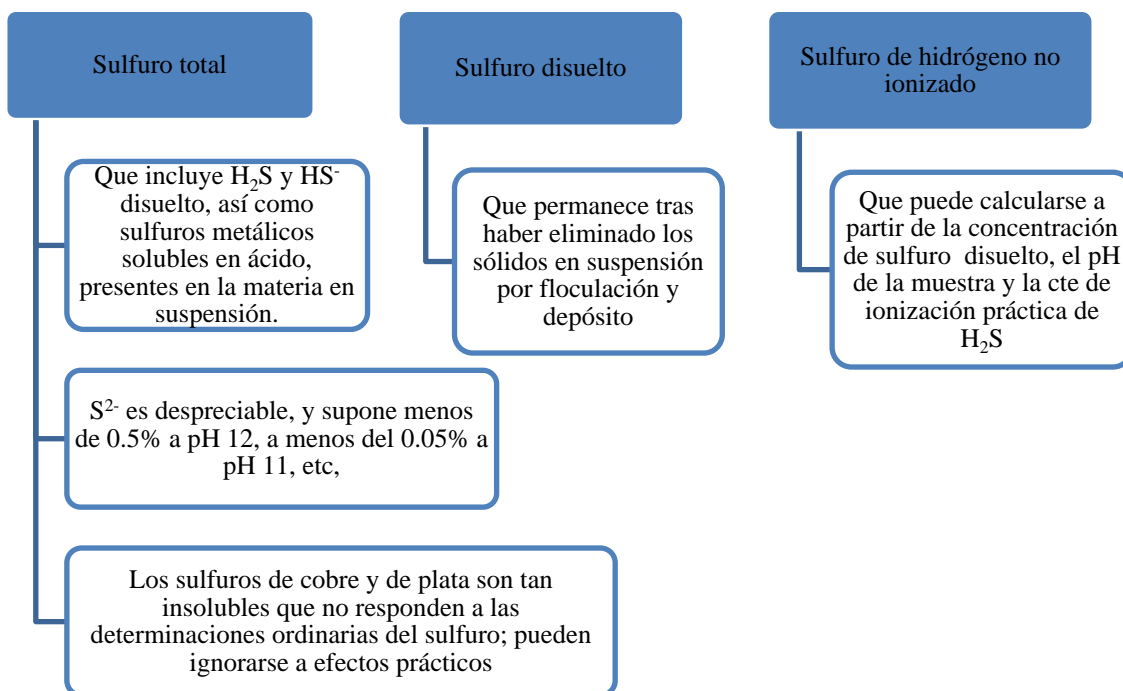
Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

1.3.22 Sulfuros.

Los sulfuros se encuentran a menudo en el agua subterránea, especialmente en manantiales calientes. Su presencia común en las aguas residuales se debe en parte a la descomposición de la materia orgánica, presente a veces en los residuos industriales, pero procedente casi siempre de la reducción bacteriana de los sulfatos.

La concentración umbral para H_2S en agua limpia está comprendida entre 0.025 y 0.25 $\mu g/l$. El H_2S ataca directa e indirectamente a los metales y ha producido corrosiones graves en las conducciones de cemento por oxidarse biológicamente a H_2SO_4 en las paredes de las tuberías. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Desde el punto de vista analítico, se distinguen tres categorías de sulfuros en el agua y aguas residuales descritas en el esquema 1-16.



Esquema 1-16: Categorías de sulfuros en agua

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

1.3.23 Hidrocarburos totales en agua.

El término hidrocarburos totales de petróleo (TPH) se usa para describir a un grupo extenso de varios cientos de sustancias químicas derivadas originalmente del petróleo crudo. En este sentido, los TPH son realmente una mezcla de sustancias químicas. Se les llama hidrocarburos porque casi todos los componentes están formados enteramente de hidrógeno y carbono. Los crudos de petróleo pueden tener diferentes cantidades de sustancias químicas; asimismo, los productos de petróleo también varían dependiendo del crudo de petróleo del que se produjeron. La mayoría de los productos que contienen TPH se incendian. Algunos TPH son líquidos incoloros o de color claro que se evaporan fácilmente, mientras que otros son líquidos espesos de color oscuro o semisólidos que no se evaporan. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

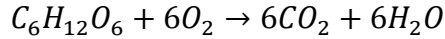
Muchos de estos productos tienen un olor característico a gasolina, kerosén o aceite. Debido a que en la sociedad moderna se usan tantos productos derivados del petróleo (por ejemplo, gasolina, kerosén, aceite combustible, aceite mineral y asfalto), la posibilidad de contaminación ambiental es alta. La contaminación con productos de petróleo estará constituida por una variedad de estos hidrocarburos. Debido al gran número de hidrocarburos involucrados, generalmente no es práctico medir cada uno de ellos. Sin embargo, es útil medir la cantidad total del conjunto de hidrocarburos que se encuentran en una muestra de suelo, agua o aire.

La cantidad de TPH que se encuentra en una muestra sirve como indicador general del tipo de contaminación que existe en el sitio. Sin embargo, la cantidad de TPH que se mide suministra poca información acerca de cómo hidrocarburos de petróleo específicos pueden afectar a la gente, los animales y las plantas. Para tener una idea más clara acerca de lo que les sucede a estas sustancias en el ambiente, los científicos han dividido a los TPH en grupos de hidrocarburos basado en el comportamiento similar en el suelo o el agua. Estos grupos se conocen como fracciones de hidrocarburos del petróleo. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Para la identificación y/o cuantificación de hidrocarburos en agua se aplican múltiples técnicas tales como la cromatografía gaseosa de alta resolución, la espectrofotometría FTIR y la absorción infrarroja no dispersiva. El origen de la contaminación por hidrocarburos del petróleo de un agua potable es difícil de establecer cuando aparece en niveles de concentración muy bajos y no se tienen evidencias del hecho.

1.3.24 Demanda teórica de oxígeno.

Es la que corresponde a la cantidad estequiométrica de oxígeno necesaria para oxidar completamente un determinado compuesto. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996) Es la cantidad teórica de oxígeno requerida para transformar completamente la fracción orgánica de aguas residuales en gas carbónico (CO_2) y agua (H_2O). Así, la ecuación para la oxidación de la glucosa es:



- El peso molecular de la glucosa es igual a $6 \times 12 + 12 \times 1 + 6 \times 16 = 180$
- El peso molecular el oxígeno es $6 \times 2 \times 16 = 192$.

Puede estimarse que la DTeO de una solución de 300 mg/l de glucosa corresponde a 320 mg/l, es decir, $(192 / 180) \times 300$ mg/l.

La DTeO en la práctica no puede calcularse pero es aproximadamente igual a la DQO.

1.3.25 Demanda química de oxígeno: DQO

Para la cuantificación de la materia orgánica total, se emplea la DQO (Demanda Química de Oxígeno). Es la cantidad de oxígeno disuelto consumida por un agua residual durante la oxidación "por vía química" provocada por un agente químico fuertemente oxidante. Mide la capacidad de consumo de un oxidante químico y se expresa en ppm de O₂. Indica el contenido en materias orgánicas oxidables y otras sustancias reductoras, tales como Fe²⁺, NH₄⁺, etc. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Los métodos utilizados son dos: uno con permanganato potásico (KMnO₄) para el caso de aguas limpias, y otro con dicromato potásico (K₂Cr₂O₇) para aguas residuales.

La ventaja de las mediciones de DQO es que los resultados se obtienen rápidamente, precisando su ensayo 1 o 2 horas si la oxidación se efectúa en frío, o bien 20 o 30 minutos si la oxidación se efectúa con dicromato en caliente, pero tienen la desventaja de que no ofrecen ninguna información de la proporción del agua residual que puede ser oxidada por las bacterias ni de la velocidad del proceso de biooxidación.

Teniendo en cuenta que la oxidación que se lleve a cabo en un laboratorio de ensayos o de análisis de DQO no se corresponde con la estequiométrica, el valor de la DQO no debe esperarse que sea igual al de la DTeO. Los análisis normalizados para determinación de la DQO

dan valores que varían entre el 80 y el 85% de la DTeO, dependiendo de la composición química del agua residual que se está ensayando. Los análisis rápidos de la DQO dan valores que se acercan al 70% de la DTeO. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

Las aguas no contaminadas tienen valores de la DQO de 1 a 5 ppm, o algo superiores. Las aguas con valores elevados de DQO, pueden dar lugar a interferencias en ciertos procesos industriales. Las aguas residuales domésticas suelen contener entre 250 y 600 ppm. En las aguas residuales industriales la concentración depende del proceso de fabricación de que se trate. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.26 Demanda bioquímica de oxígeno: DBO

Para la cuantificación de la materia orgánica biodegradable, se emplea la DBO (Demanda Biológica de Oxígeno). Es la cantidad de oxígeno disuelto consumida por un agua residual durante la oxidación «por vía biológica» de la materia orgánica biodegradable presente en dicha agua residual, en unas determinadas condiciones de ensayo (20° C, presión atmosférica, oscuridad y muestra diluida con agua pura manteniendo condiciones aerobias durante la prueba) en un tiempo dado. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

El cálculo se efectúa mediante la determinación del contenido inicial de oxígeno disuelto (OD) de una muestra dada y lo que queda después de cierto tiempo en otra muestra semejante, conservada en un frasco cerrado a 20 °C. La diferencia entre los dos contenidos corresponde a la DBO.

Al observar la variación del OD en función del tiempo para una temperatura de 20 °C (ver figura 1.3), se aprecia que ésta no sufre una variación constante, sino que al cabo de un periodo de aproximadamente 8 días, la velocidad a la que se consume el oxígeno aumenta bruscamente; esto se debe a que se ha iniciado la biodegradación de los compuestos orgánicos nitrogenados por efecto de las bacterias nitrificantes, con lo cual estamos observando la superposición de dos curvas, la de biooxidación de los compuestos hidrocarbonados (línea de trazo fino) y la de los compuestos nitrogenados orgánicos.

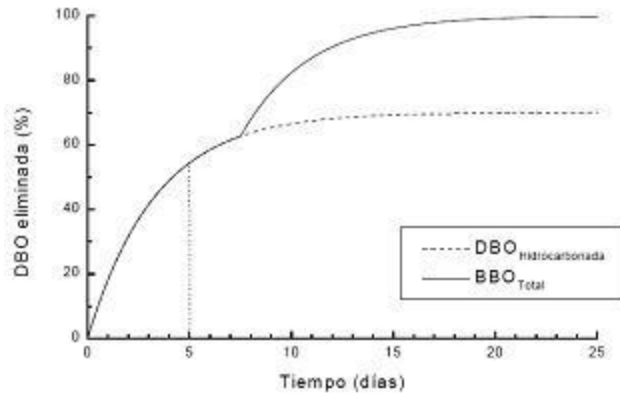
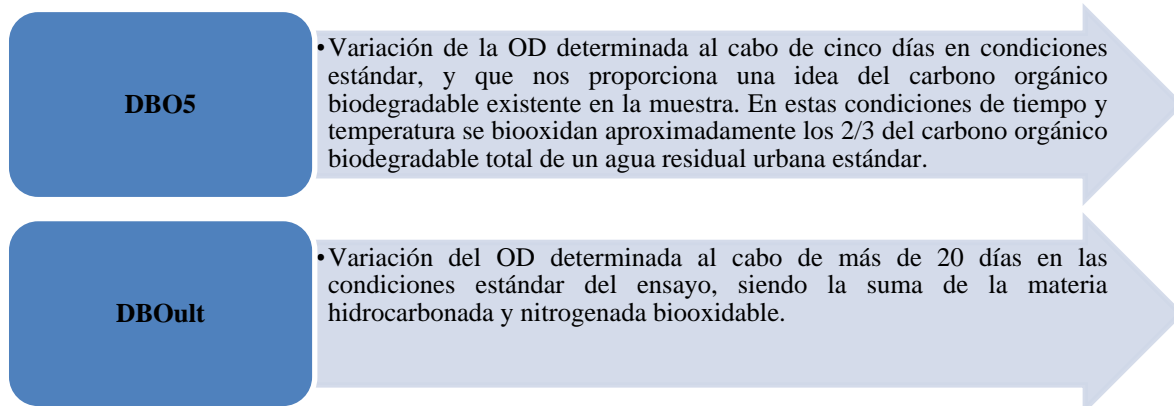


Figura 1.3: Porcentaje de DBO eliminada vs. tiempo

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

Como la DBO es un parámetro fuertemente influido por el tiempo, se suele determinar a dos tiempos diferentes como se explica en el esquema 1-17.



Esquema 1-17: Determinación de DBO según el tiempo

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

La DBO nos da información de la cantidad de materia orgánica biodegradable presente en una muestra, sin aportar información sobre la naturaleza de la misma. Hay que tener presente, que un bajo valor de DBO no tiene por qué ser indicativo de un bajo nivel de contaminación orgánica, dado que existen sustancias difícilmente biodegradables (sustancias refractarias) o que

incluso inhiben el proceso biológico (tóxicos). En la tabla 1-8 se presenta el contenido de DBO5 según el tipo de agua.

Tabla 1-8: Contenido de DBO5 según tipo de agua

Tipo de agua	Contenido de DBO5
aguas subterráneas	menor de 1 ppm
aguas superficiales	contenido es muy variable
aguas residuales domésticas	entre 100 y 350 ppm
aguas residuales industriales	dependiente del proceso de fabricación pudiendo alcanzar varios miles de ppm

Nota: Su eliminación se realiza por procesos fisicoquímicos y biológicos aerobios o anaerobios. Nota. Fuente: Elaboración propia en base a información de Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes. Laboratorio de DINAMA

En muchos casos, tan importante o más que la determinación de la DBO de un efluente en mg/L, es conocer la carga contaminante total del mismo como kg de DBO por día, siendo función de la DBO5 y del caudal Q de efluente, calculándose la misma mediante la siguiente expresión:

$$\frac{kg\ DBO}{día} = DBO_5 \left(\frac{mg}{l} \right) * Q \left(\frac{m^3}{día} \right) * 10^{-3}$$

Como la DQO oxida toda la materia orgánica mientras que la DBO sólo la biodegradable, la relación DBO/DQO será siempre menor de la unidad; y es un indicativo de la biodegradabilidad de la materia contaminante. En aguas residuales un valor de la relación DBO/DQO menor que 0,2 se interpreta como un vertido de tipo inorgánico y si es mayor que 0,6 como orgánico. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.3.27 Demanda total de oxígeno: DTO

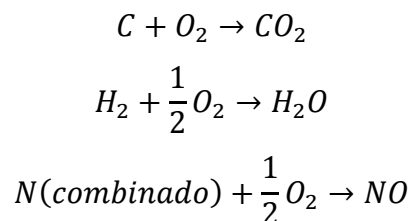
La utilidad de los métodos normalizados para establecimiento de la DQO se debe al hecho de que los resultados se obtienen en dos horas, en lugar de los 5 días necesarios para la medición de la DBO. Sin embargo, el método DQO se reconoce que no oxida ciertos contaminantes, como piridina, benceno, amonio, aunque la oxidación de la mayoría de los

compuestos orgánicos se ha contrastado que llega a un 95-100% de la teórica. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

En consecuencia, en la búsqueda de métodos analíticos mejorados para la determinación de la demanda de oxígeno se han encontrado técnicas, que son: (1) muy significativas y correlacionales con los parámetros de control y vigilancia; (2) rápidas, ya que los resultados se conocen en pocos minutos y no en horas y días, y (3) adaptables a la automatización y control en continuo.

Es un análisis instrumental en el que los compuestos orgánicos y algunos inorgánicos son transformados en productos estables, tales como CO₂ y H₂O, en una celda de combustión catalizada con platino. La DTO es determinada por la pérdida de oxígeno en el gas portador.

La DTO mide el total de oxígeno consumido basándonos en las siguientes reacciones químicas para el proceso de combustión catalítica:



Los resultados de los análisis de DTO para distintos compuestos indican que las demandas de oxígeno medidas están muy cercanas a las teóricas y en todo caso más que las señaladas en los métodos químicos. Ninguno de los iones normalmente encontrados en las aguas residuales causa interferencias apreciables con el análisis de la DTO.

La relación entre la DTO y la DQO y DBO5 depende fundamentalmente de la composición del agua residual. Consecuentemente estas relaciones varían de acuerdo con el grado de tratamiento biológico al cual el agua residual ha sido sometida. (Dirección Nacional de Medio Ambiente, 1996)

1.4 Técnicas analíticas para análisis químicos de aguas.

1.4.1 Métodos gravimétricos

Son métodos cuantitativos que se basan en la determinación de la masa de un compuesto puro con el que el analito está relacionado químicamente.

La cantidad de un componente en un método gravimétrico se determina por medio de una pesada. Para esto, el analito se separa físicamente de todos los demás componentes de la mezcla, así como del solvente. La precipitación es una técnica muy utilizada para separar el analito de las interferencias; otros métodos importantes de separación son la electrolisis, la extracción con solventes, la cromatografía y la volatilización. (Skoog, D.A; West, D.M.; Holler F.J. & Crouch S.R, 2005)

1.4.1.1 Estequiometría

En el procedimiento gravimétrico acostumbrado, se pesa el precipitado y a partir de este valor se calcula el peso del analito presente en la muestra analizada. Por consiguiente, el porcentaje de analito A es:

$$\%A = \text{peso de A} / \text{peso de la muestra} \times 100$$

Para calcular el peso del analito a partir del peso del precipitado, con frecuencia se utiliza un factor gravimétrico. Este factor se define como los gramos de analito presentes en un g (o el equivalente de un g) del precipitado. La multiplicación del peso del precipitado P por el factor gravimétrico nos da la cantidad de gramos de analito en la muestra:

$$\text{Peso de A} = \text{peso de P} \times \text{factor gravimétrico}$$

Por lo tanto,

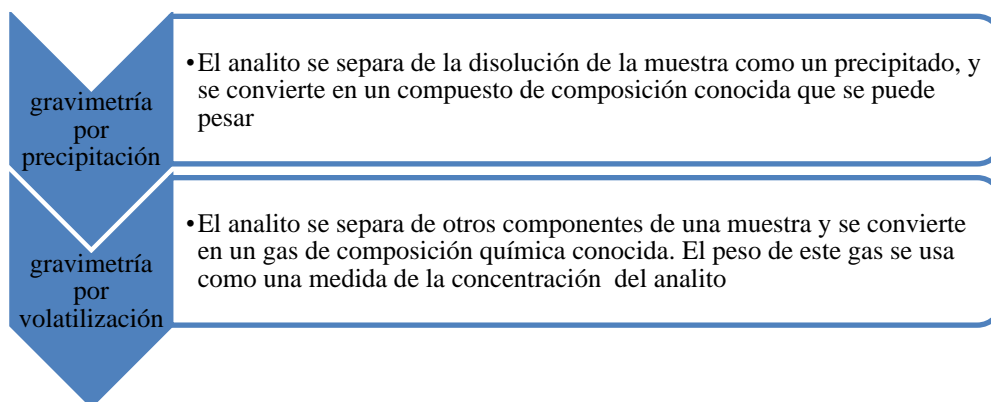
$$\%A = \text{peso de P} \times \text{factor gravimétrico} / \text{peso de la muestra} \times 100$$

En general, para establecer un factor gravimétrico se deben señalar dos puntos. Primero, el peso molecular del analito en el numerador y el de la sustancia pesada en el denominador. Segundo, el número de átomos o moléculas que aparecen en el numerador y en el denominador deben ser equivalentes químicamente. (Skoog et al, 2005)

Para establecer un factor se debe señalar dos puntos:

- El peso molecular del analito en el numerador y el de la sustancia pesada en el denominador
- El número de átomos o moléculas que aparecen en el numerador o el denominador deben ser equivalentes.

Los métodos analíticos que se basan en medidas de masa se describen en el esquema 1-18.



Esquema 1-18: Métodos analíticos basados en medidas de masa

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Skoog, D., West, D., & S.R, H. F. (2005). Fundamentos de Química Analítica. (Octava ed., pág. 317). México D.F: Thompson Learning

En la electrogravimetría, el analito se separa al depositarse en un electrodo mediante una corriente eléctrica. La masa de este producto proporciona una medida de la concentración del analito. (Skoog et al, 2005)

1.4.2 Análisis volumétrico

Las valoraciones incluyen un numeroso grupo de procedimientos cuantitativos.

Basados en la medida de la cantidad de un reactivo de concentración conocida, que es consumida por el analito. En las valoraciones volumétricas se mide el volumen de una disolución de concentración conocida necesario para reaccionar completamente con el analito.

Por tanto, un análisis volumétrico es todo aquel procedimiento basado en la medida de volumen de reactivo necesario para reaccionar con el analito.

De este modo, al medir de forma exacta el volumen de reactivo, de concentración perfectamente conocida, necesario para reaccionar completamente con el analito, se puede calcular su concentración en la muestra.

En un montaje típico empleado para llevar a cabo una volumetría la disolución de analito se encuentra en un vaso de precipitados o en un matraz Erlenmeyer y la disolución del reactivo en la bureta. El medio de valoración debe ser agitado de forma continua para favorecer el contacto entre las especies reaccionantes, pudiendo agitarse de forma manual, por medio de una varilla, o automática, a través de un agitador magnético. (Análisis volumétricos, 2011)

a) Terminología

Una disolución estándar de reactivo o de agente valorante es una disolución que contiene a la especie química que va a reaccionar con el analito, en una concentración conocida. La concentración de esta disolución ha de conocerse con gran exactitud ya que dicho valor será empleado en el cálculo de la concentración de analito en la muestra.

El análisis volumétrico consiste en ir agregando lentamente, a la disolución de analito, la disolución estándar de reactivo desde la bureta u otro material de precisión dispensador de líquidos, hasta que la reacción entre las dos especies químicas se haya completado.

El punto de equivalencia de una volumetría es un punto teórico que se alcanza cuando la cantidad de valorante añadido es químicamente equivalente a la cantidad de analito en la

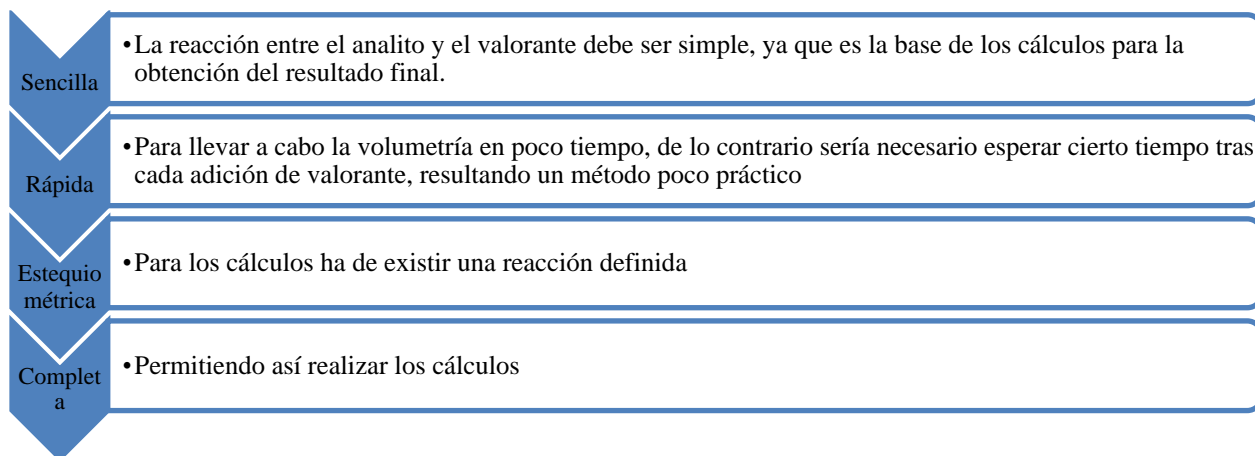
muestra. El punto de equivalencia es el resultado ideal (teórico) que se busca en toda valoración. Dado que el punto de equivalencia es un resultado teórico, su determinación experimental es imposible, en su lugar se estima su posición al observar un cambio físico relacionado con la condición de equivalencia. A dicho cambio físico se le llama punto final de la volumetría. (Análisis volumétricos, 2011)

b) Tipos de volumetrías

Las volumetrías se pueden clasificar de acuerdo con la naturaleza de la reacción química:

- Volumetrías ácido-base
- Volumetrías de oxidación-reducción
- Volumetrías de complejación.
- Volumetrías de precipitación.

No todas las reacciones químicas pueden ser empleadas como reacciones de valoración, es necesario que la reacción cumpla con los requerimientos del esquema 1-19.



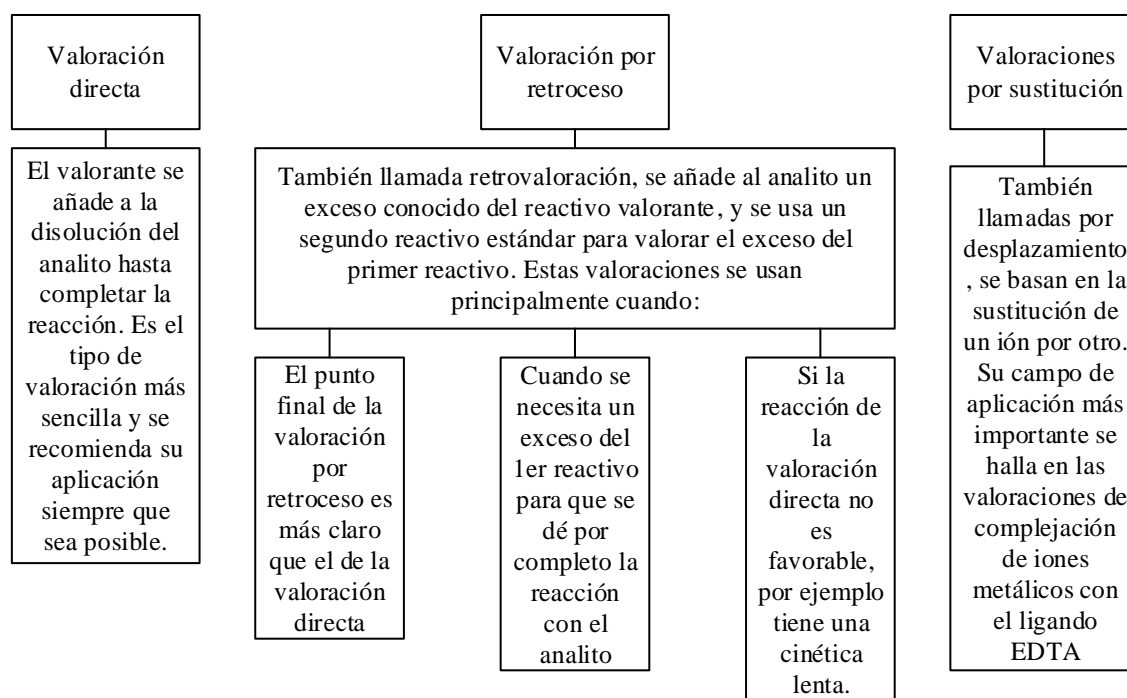
Esquema 1-19: Requerimientos de reacción

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Análisis volumétricos. (2011, Agosto 31). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad de Murcia. Recuperado el 1 de marzo de 2014 de: <http://ocw.um.es/ciencias/analisis-quimico/material-de-clase-1/tema-4.pdf>

Además de estos cuatro requisitos básicos relativos a la reacción química de valoración, para poder llevar a cabo la valoración ha de disponerse de una disolución patrón del reactivo

valorante, un sistema de detección del punto final y material de medida exacta (buretas, pipetas aforadas y balanzas analíticas). (Análisis volumétricos, 2011)

Si atendemos al procedimiento seguido para el desarrollo de la valoración podemos distinguir principalmente tres tipos de volumetrías expuestas en el esquema 1-20.



Esquema 1-20: Tipos de volumetrías

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Análisis volumétricos. (2011, Agosto 31). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad de Murcia. Recuperado el 1 de marzo de 2014 de: <http://ocw.um.es/ciencias/analisis-quimico/material-de-clase-1/tema-4.pdf>

c) Preparación de disoluciones patrón de reactivo valorante

La disolución de valorante desempeña un papel principal en análisis volumétrico, por lo que su preparación ha de llevarse a cabo con extremo cuidado. Se puede establecer dos modos de preparación según el esquema 1-21.

1. Si el reactivo es una sustancia estándar primario la preparación de la disolución se llevará a cabo por el método directo, en el que una cantidad del patrón primario pesada cuidadosamente se disuelve en un disolvente apropiado y se diluye hasta un volumen conocido con exactitud en un matraz volumétrico

2. Por el contrario, si el reactivo no es una sustancia estándar primario es necesario recurrir a la estandarización de su disolución, empleando un reactivo que sí es estándar primario. El valorante que se estandariza con otra disolución patrón a veces se denomina disolución patrón secundaria. La concentración de una disolución patrón secundaria está sujeta a una mayor incertidumbre que la de una disolución de un patrón primario. Así que siempre será deseable preparar las disoluciones por el método directo. Sin embargo, muchos reactivos carecen de las propiedades requeridas para ser un patrón o estándar primario y por tanto deben ser estandarizadas.

Esquema 1-21: Tipos de preparación de reactivo valorante

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Análisis volumétricos. (2011, Agosto 31). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad de Murcia. Recuperado el 1 de marzo de 2014 de: <http://ocw.um.es/ciencias/analisis-quimico/material-de-clase-1/tema-4.pdf>

Una disolución de reactivo valorante, haya sido preparada por el método directo o no, debe cumplir los siguientes requisitos (Análisis volumétricos, 2011):

- Ser suficientemente estable de modo que sea necesario determinar su concentración sólo una vez.
- Reaccionar rápidamente con el analito para que se minimice el tiempo requerido entre adiciones de reactivo.
- Reaccionar de forma completa con el analito para obtener puntos finales claros.
- Experimentar una reacción selectiva con el analito descrita a través de la ecuación química ajustada

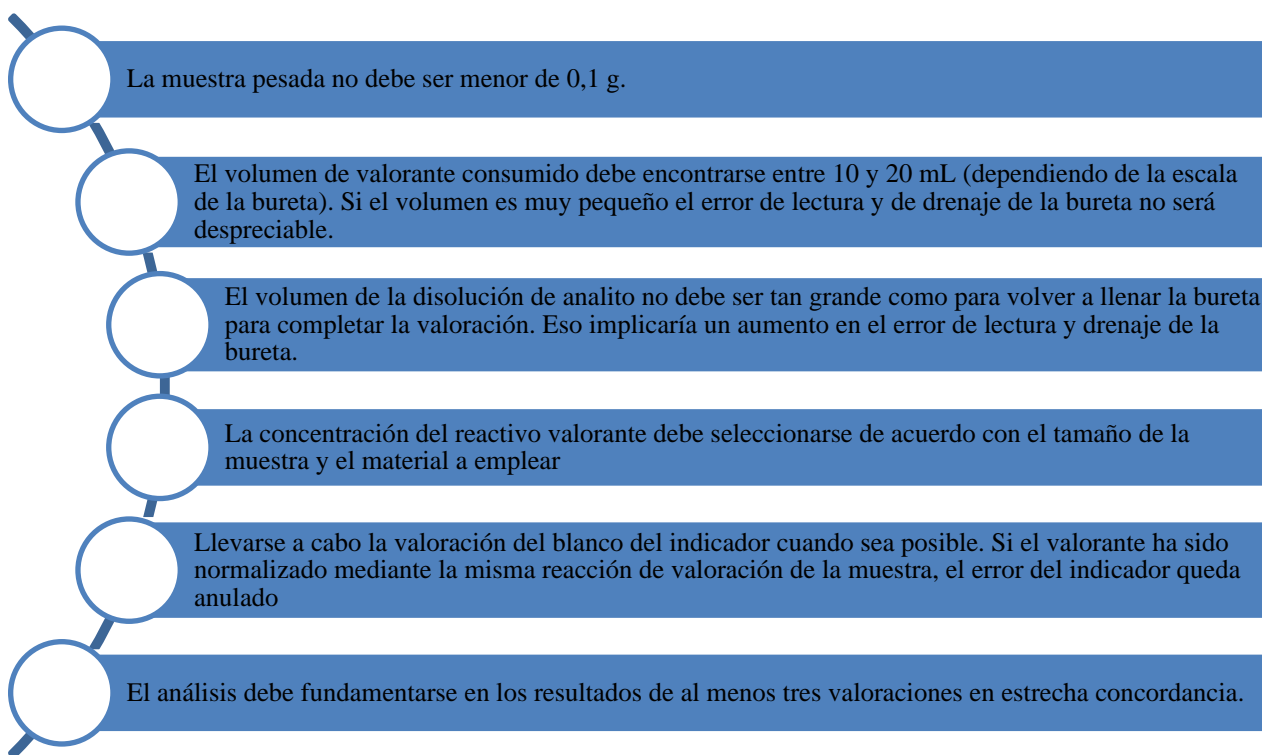
d) Características analíticas de los métodos volumétricos

En cuanto a las características analíticas de los métodos de análisis volumétrico podemos decir que (Análisis volumétricos, 2011):

- La selectividad está directamente relacionada con la reacción de valoración y el indicador empleado.
- La sensibilidad se halla restringida a componentes mayoritarios de las muestras.
- La exactitud alcanzada se halla directamente relacionada con las operaciones de pesada y medidas con el material volumétrico; en general se puede afirmar que son bastante exactos.
- La precisión depende de la habilidad del laborante, alcanzándose valores del 2%.
- Además, son métodos relativamente rápidos, sencillos y fácilmente automatizables.

e) Principios y cálculos en análisis volumétrico

En análisis volumétrico, los principios generales del esquema 1-22, han de ser considerados, siempre que sea posible, con el fin de obtener resultados de calidad.



Esquema 1-22: Principios generales

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Análisis volumétricos. (2011, Agosto 31). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad de Murcia. Recuperado el 1 de marzo de 2014 de: <http://ocw.um.es/ciencias/analisis-quimico/material-de-clase-1/tema-4.pdf>

En volumetrías directas los cálculos pasan siempre por la condición de equivalencia, para la que en el punto de equivalencia de la valoración el número de equivalentes químicos de reactivo es igual al de equivalentes químicos de analito.

1.4.2.1 Valoraciones complejométricas

1.4.2.1.1 Formación de complejos

Se denomina valoración complejométrica o valoración de complejación a toda valoración basada en una reacción de formación de un complejo. Los ligandos EDTA, DCTA, DTPA y EGTA forman complejos fuertes de estequiometría 1:1 con todos los iones metálicos independientemente de la carga del catión, excepto con los monovalentes como Li^+ , Na^+ y K^+ . Los agentes quelantes son los valorantes empleados en valoraciones complejométricas ya que la reacción de complejación ocurre en una única etapa y no de forma gradual, como con los ligandos monodentados (Equilibrios y volumetrías de complejación, 2012)

1.4.2.1.2 Valoraciones con ácidos aminocarboxílicos

Las aminas terciarias que también contienen carboxílicos forman quelatos muy estables con muchos iones metálicos. En 1945, Gerold Schwarzenbach fue el primero en reconocer sus potenciales como reactivos analíticos. Desde el original trabajo de todo el mundo han escrito aplicaciones de estos compuestos para la determinación volumétrica de muchos de los metales de la tabla periódica. (Equilibrios y volumetrías de complejación, 2012)

1.4.2.1.3 Ácido etilendiaminotetraacético (EDTA)

El ácido etilendiaminotetraacético ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$) llamado también (etilendinitrilo) tetraacético, que se abrevia como EDTA, es el valorante más empleado en volumetrías de complejación, ya que permite determinar prácticamente todos los elementos de la tabla periódica, ya sea por valoración directa u otra modalidad de valoración.

El EDTA pertenece a la familia de los ácidos poliaminocarboxílicos y contiene seis posibles posiciones de enlace con el ion metálico: cuatro grupos carboxilo y dos grupos amino. El EDTA es un ligando hexadentado.

El EDTA es un valorante muy empleado en Química Analítica no sólo porque forma complejos con la mayoría de los iones metálicos, sino porque la mayoría de los quelatos formados tienen estabilidad suficiente para llevar a cabo valoraciones, debiéndose dicha estabilidad a los diversos puntos de unión ligando-metal que dan lugar a una estructura en forma de jaula para el quelato, donde el catión queda rodeado de forma efectiva y aislado de las moléculas de disolvente. Además la estequiometría de todos los complejos de EDTA es 1:1, lo que simplifica notablemente los cálculos numéricos en las valoraciones. (Equilibrios y volumetrías de complejación, 2012)

1.4.2.1.4 Detección del punto final

Aunque la técnica más usual para detectar el punto final en las valoraciones con EDTA se basa en el uso de indicadores de iones metálicos (indicadores metalocrómicos), los electrodos selectivos de iones resultan una alternativa muy interesante. Con un electrodo de pH también se puede seguir el curso de la valoración, siempre que no se haya fijado el pH con una disolución reguladora.

Los indicadores metalocrómicos son generalmente colorantes orgánicos que forman quelatos coloreados con iones metálicos en un intervalo de pM característico de cada catión y cada indicador. Para que el indicador sea útil ha de unirse al metal con menor fuerza que el EDTA. Así al principio de la valoración se añade una pequeña cantidad de indicador (In) a la disolución que contiene el analito (M), formándose una pequeña cantidad del complejo metal-indicador (MIn) que tendrá un determinado color. Al ir añadiendo valorante (EDTA) se va formando el complejo metal-EDTA (MEDTA), cuando se ha consumido todo el metal libre, la última fracción libre de EDTA añadida desplaza al metal de su complejo con el indicador. El paso del indicador desde su forma complejada (MIn) a su forma libre (In) permite detectar un cambio de color en la disolución de valoración que corresponde al punto final.

Negro de eriocromo T, calmagita, murexida, naranja de xilenol y violeta de pirocatecol son ejemplos de indicadores metalocrómicos que también son indicadores ácido-base. (Equilibrios y volumetrías de complejación, 2012)

1.4.2.2 Valoraciones por precipitación

La valoración por precipitación se basa en reacciones que producen compuestos iónicos de limitada solubilidad. Es una de las técnicas analíticas más antiguas que se remonta a mediados del siglo XIX. Sin embargo, debido a que la velocidad de formación de muchos precipitados es lenta, el número de agentes precipitantes que se pueden emplear es limitado. Con diferencia, el reactivo precipitante más utilizado e importante es el nitrato de plata, el cual se emplea para la determinación de haluros, aniones del tipo de los haluros (SCN^- , CN^- , CNO^-), mercaptanos, ácidos grasos y diversos aniones inorgánicos bivalentes y trivalentes. Las titulaciones basadas en nitrato de plata se denominan en ocasiones métodos argentométricos. (Equilibrios y volumetrías de precipitación, 2011)

1.4.2.2.1 Curvas de valoración por precipitación en las que participa el ion plata

El método más común para determinar la concentración de iones haluro en diversas soluciones acuosas es la valoración con una disolución patrón de nitrato de plata. EL producto de la reacción es el haluro de plata sólido. Una curva de valoración para este método consiste en una gráfica de pAg en función del volumen de nitrato de plata añadido. Para construir las curvas de valoración se requieren tres tipos de cálculos, cada uno de los cuales corresponde a una etapa distinta de la reacción: (1) preequivalencia, (2) equivalencia y (3) postequivalencia. (Equilibrios y volumetrías de precipitación, 2011)

1.4.2.2.2 Indicadores en valoraciones argentométricas

En las valoraciones con nitrato de plata se puede hablar de tres tipos de puntos finales:

- a) químicos
- b) potenciométrico
- c) amporométrico

1.4.2.2.3 Mediante empleo de indicadores químicos

El uso de indicadores químicos constituye una vía muy sencilla para la detección del punto final en volumetrías de precipitación, pudiendo distinguir aquellos que dan lugar a la formación de un compuesto coloreado, ya sea sólido (Método de Mohr) o en disolución (Método

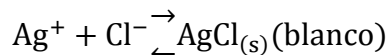
de Volhard), y aquellos se adsorben sobre el precipitado en el punto final de la valoración (Método de Fajans).

La mayoría de las aplicaciones de las volumetrías de precipitación implican al catión plata en la reacción de valoración, por lo que se llaman valoraciones argentométricas. (Equilibrios y volumetrías de precipitación, 2011)

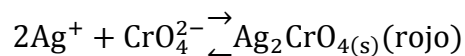
1.4.2.2.4 Ion Cromato: Método de Mohr

El cromato de sodio puede servir como indicador en la determinación argentométrica de iones cloruro, bromuro y cianuro al reaccionar con el ion plata en la región del punto de equivalencia para formar un precipitado de cromato de plata (Ag_2CrO_4) de color rojo ladrillo. (Equilibrios y volumetrías de precipitación, 2011)

La reacción de valoración:



Reacción del indicador:



La concentración de catión plata cuando todo el analito (Cl^-) ha precipitado, es consecuencia de la solubilidad del producto de la reacción de valoración (AgCl): $1.35 \times 10^{-5} \text{M}$. Por tanto, la concentración de anión cromato necesaria para la formación de cromato de plata en esas condiciones sería:

$$[\text{CrO}_4^{2-}] = \frac{K_{ps}}{[\text{Ag}^+]^2} = \frac{1.2 \times 10^{-12}}{(1.35 \times 10^{-5})^2} = 6.6 \times 10^{-3} \text{M}$$

Así pues, debe agregarse anión cromato en esta concentración para que aparezca el precipitado rojo justo después del punto de equivalencia. Sin embargo, esa concentración tan alta proporciona al medio de valoración un color amarillo tan intenso, que dificulta la detección del color rojo del precipitado. Por ello, normalmente se usan concentraciones inferiores de cromato,

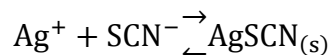
requiriéndose por tanto un exceso de reactivo para detectar el color rojo. Este exceso se corrige con la valoración de un blanco.

La valoración de método de Mohr debe llevarse a cabo a valores de pH comprendidos entre 7 y 10, ya que a $\text{pH} > 10$, el ion Ag^+ precipita como AgOH antes que como Ag_2CrO_4 no detectándose el color rojo de indicación del punto final. Por otro lado, si $\text{pH} < 7$, el Ag_2CrO_4 se solubiliza al protonarse los iones cromato. Normalmente, se logra un pH adecuado al saturar la disolución del analito con carbonato ácido de sodio. (Equilibrios y volumetrías de precipitación, 2011)

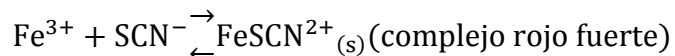
1.4.2.2.5 Ion hierro (III): Valoración por el método de Volhard

En 1874 el químico alemán Jacob Volhard describió por primera vez el método que lleva su nombre. Se distinguen dos variantes de este método: el método directo y el indirecto. (Equilibrios y volumetrías de precipitación, 2011)

Método directo: Los iones plata se valoran con una disolución patrón de ion tiocianato según la reacción química:



Como indicador se usa una disolución ácida de sulfato ferroso amónico (alumbre férrico), que al reaccionar con el valorante torna roja la disolución de valoración según la reacción:



Es importante que la valoración se efectúe en medio ácido para evitar la formación de las especies FeOH^{2+} y $\text{Fe}(\text{OH})_2^+$ de color anaranjado y pardo, respectivamente, y que enmascaran la primera aparición del color rojo esperado. Por otro lado, la concentración del indicador no es crítica en la valoración de Volhard.

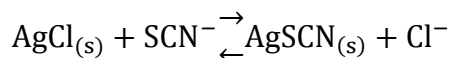
La determinación indirecta de halogenuros: es la aplicación más importante del método de Volhard. Para valorar Cl^- es preciso hacer una valoración por retroceso.

Primero se precipita el Cl⁻ con una cantidad perfectamente conocida en exceso de AgNO₃ estándar.

El AgCl(s) se aísla y el exceso de Ag⁺ se valora con KSCN en presencia de Fe³⁺.

Sabiendo cuanto SCN⁻ se ha gastado en la valoración por retroceso, se sabe la cantidad de catión Ag⁺ que se usó en exceso, respecto a la necesaria para reaccionar con el Cl⁻ presente en la muestra.

Como la cantidad de Ag⁺ total es conocida, la cantidad consumida por el Cl⁻ se calcula por diferencia. Si se compara los productos de solubilidad de AgCl y AgSCN, vemos que AgCl es más soluble que AgSCN. Por tanto podría ocurrir la reacción de desplazamiento:



El AgCl se va disolviendo lentamente. Para evitar esta reacción secundaria, se recomienda filtrar el AgCl y valorar la Ag⁺ en exceso en el filtrado. Los iones Br⁻ y I⁻, cuyas sales de plata son menos solubles que el AgSCN, pueden valorarse por el método indirecto de Volhard sin aislar el precipitado de haluro de plata.

En la valoración de I⁻, no se añade el indicador férrico hasta encontrarse en las cercanías del punto de equivalencia, pues el I⁻ puede ser oxidado a I₂ por el Fe³⁺. (Equilibrios y volumetrías de precipitación, 2011)

1.4.2.3 Valoración de neutralización

La titulación ácido-base es una técnica de análisis que se usa para conocer la normalidad de las soluciones acuosas ácidas (acidimetría) y alcalinas (alcalimetría). La alcalimetría es la valoración de una sustancia alcalina mediante el uso de una solución valorada de un ácido fuerte y la acidimetría es la valoración de una sustancia ácida mediante una solución valorada de un álcali fuerte, siendo ambos procesos de neutralización. Según la teoría de Arrhenius, ácido es toda especie que en medio acuoso genera cationes hidrógenos, H⁺, y base o álcalis es toda

especie que en medio acuoso genera aniones hidróxidos, OH^- . (Volumetría de neutralización, 2005)

El agua pura es una sustancia neutra, al disociarse genera igual cantidad de iones H^+ y OH^- , teniéndose $\text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{H}^+ + \text{OH}^-$. Su constante de disociación iónica es $K_i = [\text{H}^+][\text{OH}^-]/[\text{H}_2\text{O}] = 1.8 \times 10^{-16}$ a temperatura ambiente, lo cual indica que se disocia muy poco y que es un electrolito extremadamente débil. La concentración molar del agua no disociada, $[\text{H}_2\text{O}]$, es prácticamente constante en el agua pura y en las soluciones acuosas comunes, su valor es $[\text{H}_2\text{O}] = 1000(\text{g/l})/18(\text{g/mol}) = 55.5 \text{ mol/l}$. El producto $K_i \times [\text{H}_2\text{O}] = (1.8 \times 10^{-16})(55.5) = 10^{-14}$, se simboliza K_w y recibe el nombre de producto iónico del agua; $K_w = [\text{H}^+][\text{OH}^-]$. (Volumetría de neutralización, 2005)

Cuando se disuelve un ácido en agua aumenta la concentración de H^+ , lo cual determina una disminución en la $[\text{OH}^-]$; en cambio cuando se disuelve un álcalis aumenta la concentración de OH^- , lo cual determina una disminución en la $[\text{H}^+]$ y una variación en el pH del medio ya que $\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$

Estos conceptos se expresan matemáticamente y ya que $\text{pH} = -\log[\text{H}^+]$ y $\text{pOH} = -\log[\text{OH}^-]$ y que $\text{pH} + \text{pOH} = 14$, se tiene:

- H_2O pura o solución neutra $[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = 10^{-7}\text{M}$; $\text{pH} = \text{pOH} = 7$
- Soluciones ácidas $[\text{H}^+] > 10^{-7}\text{M}$; $[\text{OH}^-] < 10^{-7}\text{M}$; $\text{pH} < 7$ y $\text{pOH} > 7$
- Soluciones alcalinas $[\text{OH}^-] > 10^{-7}\text{M}$; $[\text{H}^+] < 10^{-7}\text{M}$; $\text{pH} > 7$ y $\text{pOH} < 7$

En una acidimetría, entre un ácido fuerte y una base fuerte, (tener presente que en una alcalimetría el proceso es inverso) inicialmente en la solución que se titula la $[\text{H}^+]$ es máxima, por ello el pH del medio es mínimo, a medida que se adiciona solución alcalina titulante valorada, los H^+ se combinan equivalentemente con los OH^- agregados, formándose H_2O en proporciones estequiométricas. El agregado de solución alcalina se debe realizar hasta llegar a un punto de equivalencia, donde $[\text{OH}^-]$ agregada es igual a la $[\text{H}^+]$ iniciales, ya que las sustancias reaccionan equivalente a equivalente. (Volumetría de neutralización, 2005)

Antes del punto de equivalencia existe en el medio un exceso de H^+ , al llegar a éste las concentraciones de H^+ y de OH^- son iguales y luego del mismo existe un exceso de OH^- , por ello en sus inmediaciones se produce un cambio brusco del pH, pasando de ácido a neutro e inmediatamente a alcalino.

Para reconocer el punto de equivalencia se puede agregar un reactivo indicador o bien medir el pH de la solución resultante, midiéndose también el volumen titulante agregado. Cuando se usa indicador, su zona de viraje debe coincidir con la zona de pH en la que se encuentra el punto de equivalencia.

Si se realizan mediciones con pHmetro, luego de cada agregado de reactivo titulante se debe medir el pH del medio. Con los resultados obtenidos (pH y ml adicionados) se puede construir un gráfico llamado curva de titulación. Al construir la curva se puede observar que en la zona del punto de equivalencia se produce un brusco incremento que en su punto medio muestra un cambio en su pendiente. Se determina así el punto de inflexión de la curva y consecuentemente el pH y el volumen de reactivo titulante agregado correspondiente al punto de equivalencia. En la figura 1.4 se presentan ejemplos de curvas de calibración (Volumetría de neutralización, 2005)

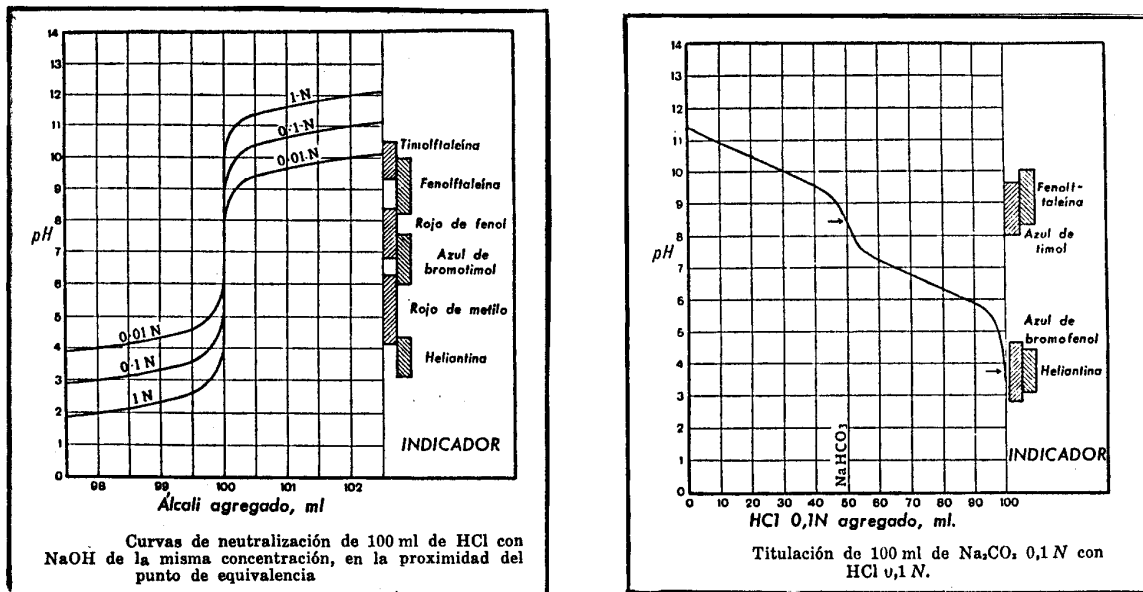


Figura 1.4: Ejemplos de curvas de calibración

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Volumetría de neutralización (2005, Marzo 07). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad Tecnológica Nacional, Santa Fe. Recuperado el 14 de agosto de 2014 de: <http://www.frsf.utn.edu.ar/>

1.4.2.3.1 Fundamentos de los cálculos en titulometría

Usando los subíndices a y b para caracterizar al ácido y a la base se tiene que en cualquier etapa de la titulación el volumen total de solución es $V = V_a + V_b$.

Cuando la titulación es entre ácidos fuertes y bases fuertes se tiene:

- Antes del punto de equivalencia:

En acidimetría, existe un exceso de ácido no neutralizado, por ello $[H^+] = \frac{(V_a N_a - V_b N_b)}{V_t}$

En alcalimetría, existe un exceso de base no neutralizado, por ello $[OH^-] = \frac{(V_b N_b - V_a N_a)}{V_t}$

- En el punto de equivalencia:

Se tiene que $V_a N_a = V_b N_b$ por ello $[H^+] = [OH^-] = 10^{-7}M$.

Los equivalentes de la especie titulada contenidos en V_a o V_b utilizado, es V.N. Si se multiplica a los equivalentes por la masa de un equivalente se obtienen los gramos de la especie disuelta en el volumen titulado.

- Después del punto de equivalencia:

En acidimetría, existe un exceso de álcalis $[OH^-] \text{ (eq/l)} = \frac{(V_b N_b - V_a N_a)}{V_t}$

En alcalimetría, existe un exceso de ácido $[H^+] \text{ (eq/l)} = \frac{(V_a N_a - V_b N_b)}{V_t}$

Luego se calcula la $[H^+]$ o de $[OH^-]$ anteriores a partir de $K_w = [H^+] [OH^-]$ para cada caso.

Respecto a los reactivos indicadores se utilizan generalmente soluciones alcohólicas de ellos, los más usados para reacciones de neutralización son los que se mencionan a continuación en la tabla 1-9 junto con sus zonas de virajes y los colores respectivos. (Volumetría de neutralización, 2005)

Tabla 1-9: Indicadores que se utilizan generalmente soluciones alcohólicas

Indicador	pH zona viraje	Cambio de Color
VBC (verde bromo cresol)	3,8 – 5,4	Amarillo → azul
Anaranjado de Metilo	3,1 – 4,4	Rojo → amarillo
Rojo neutro	6,8 – 8,0	Rojo → anaranjado
Azul bromo timol	6,0 – 7,6	Amarillo → azul
Fenolftaleína	8,3 – 10,0	Incoloro → fucsia
Azul timol	8,0 – 9,6	Amarillo → azul

Nota. Fuente: Volumetría de neutralización (2005, Marzo 07). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad Tecnológica Nacional, Santa Fe. Recuperado el 14 de agosto de 2014 de: <http://www.frsf.utn.edu.ar/>

1.5 Técnicas instrumentales para análisis químicos de agua

1.5.1 Espectrofotometría de absorción ultravioleta–visible

La espectrofotometría de absorción ultravioleta-visible (UV/V) se basa en la absorción de radiación por la materia en el rango de longitudes de onda comprendido entre el ultravioleta cercano y el infrarrojo cercano (180-1100 nm). Cuando una especie química absorbe radiación pasa a un estado excitado que posteriormente elimina ese exceso de energía en forma de calor. (Espectrofotometría, 2011)

La región UV se define como el rango de longitudes de onda de 195 a 400 nm. Es una región de energía muy alta. Provoca daño al ojo humano así como quemadura común. Los compuestos con dobles enlaces aislados, triples enlaces, enlaces peptídicos, sistemas aromáticos, grupos carbonilos y otros heteroátomos tienen su máxima absorbancia en la región UV, por lo que ésta es muy importante para la determinación cualitativa y cuantitativa de compuestos orgánicos. Diversos factores -como pH, concentración de sal y el disolvente- que alteran la carga de las moléculas, provocan desplazamientos de los espectros UV. La fuente de radiación ultravioleta es una lámpara de deuterio.

En la región visible apreciamos el color visible de una solución y que corresponde a las longitudes de onda de luz que transmite, no que absorbe. El color que absorbe es el complementario del color que transmite. Por tanto, para realizar mediciones de absorción es necesario utilizar la longitud de onda en la que absorbe luz la solución coloreada. La fuente de radiación visible suele ser una lámpara de tungsteno y no proporciona suficiente energía por

debajo de 320 nm. En la tabla 1-10 se presenta el color de luz que absorbe y refleja según la longitud de onda (Espectrofotometría, 2011)

Tabla 1-10: Características técnicas de equipo espectrofotometría de absorción ultravioleta–visible

Longitud de onda aproximada	Color de luz que se absorbe	Color de luz que se refleja o se ve
390 - 435	Violeta	Amarillo verdoso
435 - 490	Azul	Amarillo
490 - 580	Verde	Rojo
580 - 595	Amarillo	Azul
595 - 650	Naranja	Azul verdoso
650 – 780	Rojo	Verde azulado

Nota. Fuente: Espectrofotometría. (2011, Septiembre 26). OCW de la Universidad de Valencia. Recuperado el 27 de febrero de 2014 de: <http://ocw.uv.es/ocw-formacio-permanent/1.espectrofotometria.pdf>.

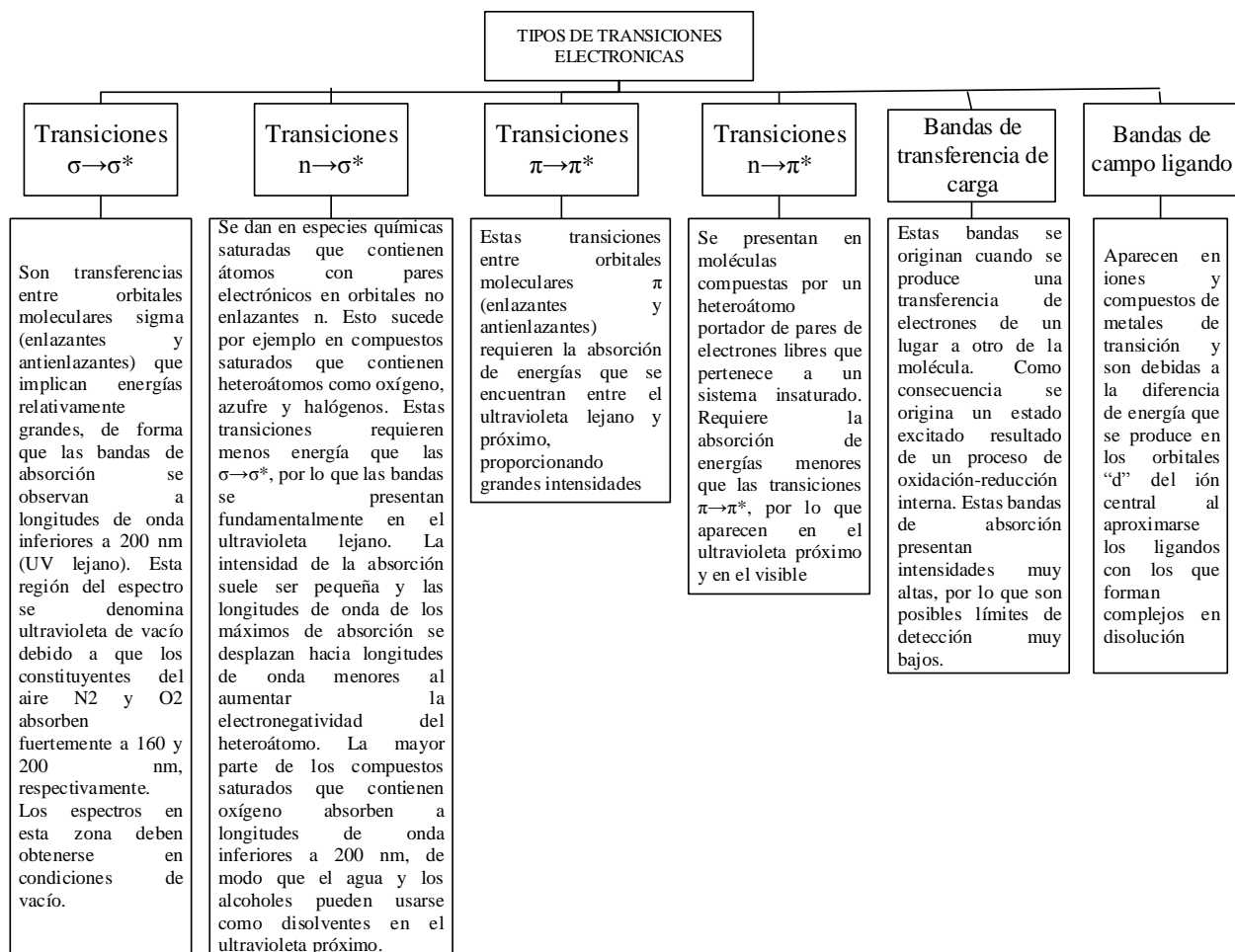
1.5.1.1 Fundamento de la absorción

La distribución espacial de los electrones de una molécula da lugar a los diferentes niveles electrónicos de la misma. La diferencia de energía entre estos niveles electrónicos es del orden de 1 eV. Cada nivel electrónico lleva asociado diferentes niveles vibracionales cuyas diferencias de energía son del orden de 0.1 eV, y que son debidos a las vibraciones interatómicas. A su vez, cada nivel vibracional contiene varios niveles rotacionales debidos al movimiento de las moléculas alrededor de su centro de gravedad, si bien estos últimos tienen poca importancia ya que la diferencia de energía entre ellos es del orden de 0.01 eV. En el esquema 1-23 se presentan los tipos de transiciones electrónicas que pueden verse gráficamente en la figura 1.5. (Espectrofotometría, 2011)

La absorción de radiación cuya longitud de onda se encuentra en el ultravioleta –visible promueve la transferencia de electrones desde el estado electrónico fundamental a estados electrónicos excitados, lo que conlleva transferencia entre niveles vibracionales y rotacionales.

$$\Delta E = \Delta E_{\text{elect}} + \Delta E_{\text{vibrac}} + \Delta E_{\text{rot}}$$

El primer término de la ecuación es el más importante, lo que permite clasificar las especies absorbentes por el tipo de transiciones electrónicas que pueden tener lugar.



Esquema 1-23: Tipos de transiciones electrónicas

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Espectrofotometría. (2011, Septiembre 26). OCW de la Universidad de Valencia. Recuperado el 27 de febrero de 2014 de: <http://ocw.uv.es/ocw-formacio-permanent/1.espectrofotometria.pdf>.

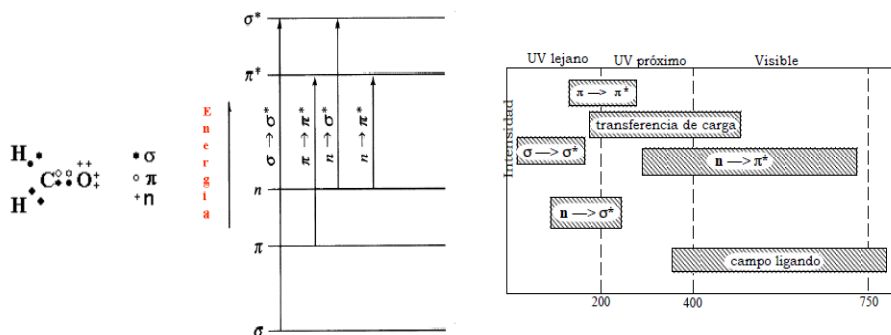


Figura 1.5: Transiciones electrónicas

Nota. Fuente: Espectrofotometría. (2011, Septiembre 26). OCW de la Universidad de Valencia. Recuperado el 27 de febrero de 2014 de: <http://ocw.uv.es/ocw-formacio-permanent/1.espectrofotometria.pdf>.

1.5.1.2 Ecuación de Lambert-Beer

Cuando un haz de radiación monocromática de una determinada longitud de onda, atraviesa una capa de disolución que contiene una especie absorbente, la intensidad del haz incidente I_0 , se atenúa, disminuyendo hasta una intensidad I . La transmitancia (T) se define como la fracción de radiación incidente que consigue atravesar la muestra, de modo que la absorbancia $A = -\log T$. (Espectrofotometría, 2011)

Para una capa de disolución absorbente de espesor infinitamente pequeño (db), la disminución de la intensidad (dI), viene dada por $dI = -kI C db$ donde k es una constante de proporcionalidad y C es la concentración de la especie absorbente. Integrando y reagrupando se obtiene:

$$\frac{dI}{I} = -kCdb \quad \int_{I_0}^I \frac{dI}{I} = - \int_0^b kCdb \quad \ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = -kCdb = 2.3 \log\left(\frac{I}{I_0}\right)$$

$$\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\log T = A \quad A = \epsilon b C \quad \text{donde } \epsilon = \frac{k}{2.3} \text{ y } b \text{ es el espesor de la muestra}$$

La expresión $A = \epsilon b C$ se denomina Ley de Lambert-Beer. La constante ϵ recibe el nombre de absorptividad molar, propiedad de la sustancia absorbente que depende de la longitud de onda.

La proporcionalidad entre la absorbancia y la concentración únicamente se cumple a concentraciones bajas. En la deducción de la ley de Lambert-Beer no se ha considerado que la absorptividad varía con el índice de refracción, que a su vez depende de la concentración. En la práctica, para concentraciones inferiores a $10^{-3}M$ el índice de refracción es esencialmente constante. Sin embargo, existen otras desviaciones debidas a causas instrumentales, químicas o personales expuestas en el esquema 1-24.

Uso de radiación monocromática	<ul style="list-style-type: none"> • La deducción de la ley de Lambert-Beer se realiza sobre la base de que la radiación incidente es monocromática, lo cual en la práctica nunca se cumple en sentido estricto. Sin embargo, aunque la anchura de la banda sea relativamente grande, si la diferencia en los valores de absorptividad son pequeños, el uso de un haz policromático no implica diferencias significativas respecto a uno monocromático
Errores de lectura	<ul style="list-style-type: none"> • Pequeños errores en la lectura de la transmitancia o de la absorbancia pueden ocasionar grandes errores en la concentración cuando se opera en los extremos de la escala. Puede demostrarse que el mínimo error relativo se obtiene para una transmitancia de 36.8%, lo que equivale a una absorbancia de 0.434
Influencia del equilibrio	<ul style="list-style-type: none"> • Cuando la sustancia problema forma parte de un sistema en equilibrio con otras especies, el desplazamiento del equilibrio implica una modificación en la concentración, y por tanto, en la absorbancia.
Presencia de impurezas en los reactivos	<ul style="list-style-type: none"> • Muchos métodos espectroscópicos son lo suficientemente sensibles como para detectar cantidades a nivel de trazas, por lo que la presencia de impurezas absorbentes en los reactivos puede ocasionar errores considerables. Por ello, en la práctica las medidas se llevan a cabo frente a un blanco constituido por la propia célula, el disolvente y los reactivos
Interacciones entre especies absorbentes	<ul style="list-style-type: none"> • Cuando en una disolución existen varias especies absorbentes, la ley de Lambert-Beer se cumple para cada una de ellas, si todas actúan independientemente. Sin embargo, la interacción entre ellas puede producir alteraciones en la posición, forma y altura de las bandas de absorción
Influencia del entorno sobre los espectros de absorción	<ul style="list-style-type: none"> • Los grupos funcionales responsables de la absorción en las regiones ultravioleta y visible se denominan grupos cromóforos. Aquellas agrupaciones atómicas que por sí mismas no comunican color a la molécula, pero son capaces de reforzar la acción de un cromóforo, se denominan auxócromos. Si un auxócromo y un cromóforo se encuentran en la misma molécula, la absorción del cromóforo se desplaza hacia longitudes de onda mayores (desplazamiento batocrómico) a la vez que se produce un incremento en la intensidad de la absorción (efecto hiperocrómico). • El disolvente también puede variar la posición, altura y forma de las bandas. Al aumentar la polaridad del disolvente, se produce un desplazamiento hacia longitudes de onda menores (desplazamiento hipsocrómico) de las bandas $n \rightarrow \pi^*$, y un desplazamiento batocrómico de las bandas $\pi \rightarrow \pi^*$. Esto es debido a que el estado excitado es más polar que el estado fundamental, por lo que la presencia de un disolvente polar tiende a estabilizar el estado excitado. En el caso de las transiciones $n \rightarrow \pi^*$ se produce además un aumento de la solvatación del par de electrones no enlazados, lo cual rebaja la energía del orbital no enlazante en mayor medida de lo que disminuye la energía del orbital π antienlazante.

Esquema 1-24: Desviaciones del uv-visible

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Espectrofotometría. (2011, Septiembre 26). OCW de la Universidad de Valencia. Recuperado el 27 de febrero de 2014 de: <http://ocw.uv.es/ocw-formacio-permanent/1.espectrofotometria.pdf>.

1.5.1.3 Aplicaciones

En principio, cualquier especie química que absorba radiación electromagnética en las regiones ultravioleta y visible es susceptible de poder ser determinada por técnicas espectrofotométricas. El mayor campo de aplicación se encuentra en el análisis cuantitativo

siendo la espectrofotometría una de las técnicas más usadas. Se resume el análisis cualitativo y cuantitativo en la tabla 1-11. (Espectrofotometría, 2011)

Tabla 1-11: Análisis cualitativo y análisis cuantitativo

Análisis cualitativo	Análisis cuantitativo
<p>Los espectros de absorción ultravioleta-visible son, en general, poco útiles con fines cualitativos debido a la anchura de las bandas.</p> <p>La identificación de un compuesto requiere la comparación empírica de los detalles del espectro de la muestra problema con el espectro del compuesto puro.</p> <p>El estudio de espectros de un elevado número de moléculas ha permitido establecer correlaciones entre estructuras químicas y posición de los máximos de absorción. Las más conocidas son las reglas establecidas por Woodward, Fieser y Scout, referidas a compuestos carbonílicos, dienos o esteroides.</p>	<p>La absorción de radiación luminosa en las regiones ultravioleta y visible presenta multitud de aplicaciones en análisis cuantitativo. No es necesario que el compuesto a analizar absorba directamente radiación si se puede transformar en un derivado que posea un cromóforo. Mediante este mecanismo es posible analizar también una gran variedad de especies químicas cuya absorción es inicialmente muy débil o bien se encuentran en una parte del espectro en la que coexisten otras absorciones que interfieren. Con este fin, la medida de absorbancia está precedida de una transformación química que debe ser específica, total, rápida, reproducible y conducir a un derivado estable en disolución.</p> <p>Para el análisis de un analito individual se comienza por el establecimiento de una curva de calibrado $A=f(C)$, a partir de disoluciones de concentraciones conocidas del analito, sometidas al mismo tratamiento que la muestra. Esta curva, frecuentemente ajustada a una línea recta para disoluciones diluidas, permite deducir la concentración.</p>

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Espectrofotometría. (2011, Septiembre 26). OCW de la Universidad de Valencia. Recuperado el 27 de febrero de 2014 de: <http://ocw.uv.es/ocw-formacio-permanent/1.espectrofotometria.pdf>.

1.5.1.4 Instrumentación

El equipo utilizado para realizar espectros de absorción es un espectrofotómetro. Los componentes básicos son: una fuente de radiación, un sistema que permita seleccionar una banda estrecha de longitudes de onda, una cubeta o recipiente que contenga la muestra, un detector, y un sistema de tratamiento y lectura de la señal. (Espectrofotometría, 2011)

Las fuentes de radiación deben ser continuas en una amplia zona del espectro, de intensidad elevada y constante con la longitud de onda. En la zona del visible la fuente más utilizada es la lámpara de filamento de wolframio, basada en la emisión de radiación por efecto de la temperatura. Por debajo de 350 nm su potencia es inadecuada por lo que se utilizan fuentes

de descarga formadas por una ampolla que contiene dos electrodos en el seno de un gas (H₂, D₂, Ar, Xe). Los electrodos aplican una descarga eléctrica que excita las partículas de gas, de modo que cuando éstas vuelven al estado fundamental lo hacen emitiendo luz ultravioleta.

Los filtros y monocromadores son sistemas que seleccionan un haz de radiación con un estrecho rango de longitudes de onda. Existen filtros de absorción, basados en la absorción selectiva de ciertos rangos de longitudes de onda, y filtros de interferencia, que mediante reflexiones de la radiación en un dieléctrico transparente recubierto en ambas caras por un material reflectante, refuerzan unas longitudes de onda mientras que las otras sufren interferencias destructivas. Los filtros de absorción se usan en la región del visible y los de interferencia en las regiones ultravioleta y visible. Los monocromadores se caracterizan por producir un haz de gran pureza espectral y por variar la longitud de onda de la radiación de forma continua y en un amplio intervalo. Los componentes básicos de un monocromador son, una rendija de entrada, que selecciona un haz de radiación policromática entrante, un elemento dispersante -prisma o red-, que dispersa la radiación en sus longitudes de onda individuales, y una rendija de salida, que aísla la banda espectral deseada.

Los detectores son transductores que convierten la radiación electromagnética en un corriente o voltaje que posteriormente es amplificada y cuantificada. Así, los fototubos, basan su funcionamiento en el efecto fotoeléctrico. Los electrones que emiten ciertos materiales cuando reciben el impacto de fotones de determinadas longitudes de onda, generan una diferencia de potencial proporcional a la cantidad de fotones recibida. Los fotomultiplicadores son una combinación de un fototubo y una cadena interna multiplicadora de electrones. Los fotodiodos, consisten en una unión semiconductor. Cuando un fotón impacta en el diodo, los electrones llegan hasta la banda de conducción, donde actúan como portadores de carga. De esta forma la corriente generada es proporcional a la intensidad incidente.

El término colorímetro, se utiliza cuando se trabaja en la región del visible con filtros para seleccionar la longitud de onda. El término espectrofotómetro se reserva para equipos que pueden trabajar en las regiones ultravioleta y visible, y están dotados de monocromadores en lugar de filtros. (Espectrofotometría, 2011)

Existen espectrofotómetros de simple haz y de doble haz (ver figura 1.6). Los instrumentos de simple haz son aquellos en los que la radiación sigue una única trayectoria entre la fuente y el detector. En el caso de que sólo se disponga de una celda, en primer lugar se realiza la medición con el blanco y después con la muestra problema. En los instrumentos de doble haz, la radiación proveniente de la fuente es dividida en dos haces mediante un sistema de espejos. Uno de ellos se dirige a la celda de referencia que contiene el blanco, y el otro hacia la celda que contiene la muestra. Los equipos de doble haz tienen la ventaja de que cualquier variación en la intensidad de la fuente, eficiencia de la red, sensibilidad del detector, etc., afecta simultáneamente a los dos haces, por lo que la relación entre sus intensidades permanece constante.

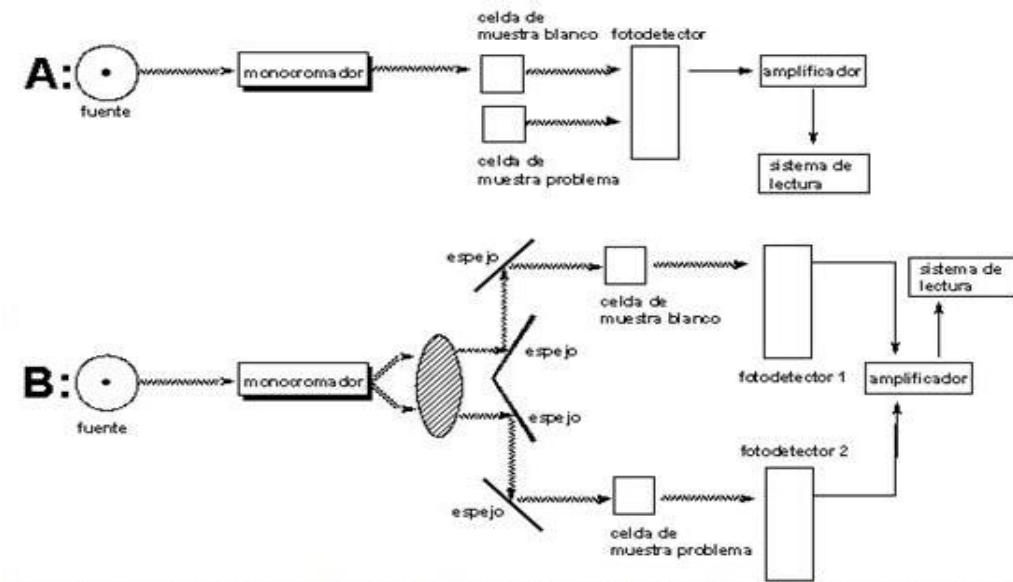


Figura 1.6: Diseño de espectrofotómetros de haz simple (A) y de doble haz (B).

Nota. Están diseñadas para contener la muestra que se quiere analizar dentro del rayo de luz de longitud de onda determinada por el monocromador. Fuente: Espectrofotometría. (2011, Septiembre 26). OCW de la Universidad de Valencia. Recuperado el 27 de febrero de 2014 de: <http://ocw.uv.es/ocw-formacio-permanent/1.espectrofotometria.pdf>.

Las celdas o cubetas se fabrican de vidrio, si se requieren efectuar estudios en el rango de los 340 a los 1000 nm y de sílice, si el análisis está en el rango comprendido entre los 220 y los 340 nm. También hay celdas en materiales plásticos como estireno o poliestireno. El portador de muestras lo diseñan los fabricantes de acuerdo al tipo de espectrofotómetro y de muestra a analizar, por ello se encuentran portadores de muestra con microceldas, aunque también tubos de ensayo y otras variantes como las celdas de flujo continuo. (Espectrofotometría, 2011)

1.5.2 Métodos colorimétricos

Las técnicas colorimétricas se basan en la medida de la absorción de radiación en la zona visible por sustancias coloreadas. En algunas ocasiones, la muestra que deseamos determinar no posee color por si misma; en tal caso, es preciso llevar un desarrollo de color empleando reactivos que den lugar a sustancias coloreadas con la muestra que interesa estudiar. (Espectrofotometría de Absorción Ultravioleta-Visible, 2009)

La colorimetría y fotocolorimetría no son en realidad técnicas distintas y la diferencia estriba en el tipo de instrumento empleado, de forma que se denomina colorímetro a aquellos aparatos en los que la longitud de onda con la que se trabaja se selecciona por medio de filtros ópticos; en los fotocolorimétricos o espectrofotómetros la longitud de onda se selecciona mediante dispositivos monocromadores.

El colorímetro es un instrumento muy simple que compara, usando el ojo humano como detector, el color de la sustancia problema con el de una disolución patrón. (El nombre de colorímetro suele aplicarse en la práctica a cualquier instrumento apropiado para medir en la región visible, y, en realidad, así se conocen muchos fotómetros de filtro comerciales).

1.5.2.1 Tipos de filtros

En la figura 1.7 se mencionan los tipos de filtros que se utilizan para los métodos colorimétricos.



Figura 1.7: Tipos de filtro

Nota. Fuente: Espectrofotometría de Absorción Ultravioleta-Visible. (2009, Marzo 9). OCW de la Universidad de Salamanca. Recuperado el 1 de abril de 2014 de: http://ocw.usal.es/ciencias-experimentales/analisis-aplicado-a-la-ingenieria-quimica/contenidos/course_files/Tema_3.pdf#page=24&zoom=auto,0,446

Los filtros de absorción se utilizan en la región visible y se basan en la absorción selectiva de ciertas longitudes de onda. Normalmente consisten en un vidrio coloreado o una

suspensión de un colorante en gelatina que se coloca entre dos placas de vidrio. (Espectrofotometría de Absorción Ultravioleta-Visible, 2009)

Los filtros de banda (figura 1.8) se caracterizan por su anchura de banda (anchura a la mitad de la altura) que puede oscilar entre 30 y 250 nm.

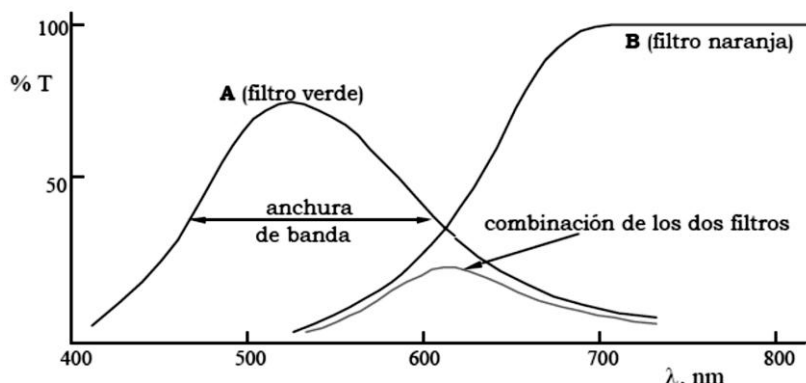


Figura 1.8: Transmitancia de algunos filtros

Nota. Fuente: Espectrofotometría de Absorción Ultravioleta-Visible. (2009, Marzo 9). OCW de la Universidad de Salamanca. Recuperado el 1 de abril de 2014 de: http://ocw.usal.es/ciencias-experimentales/analisis-aplicado-a-la-ingenieria-quimica/contenidos/course_files/Tema_3.pdf#page=24&zoom=auto,0,446

Los filtros de corte tienen transmitancias de casi el 100 % en una zona del espectro visible, pero luego disminuye rápidamente hasta un valor de transmitancia cero (figura 1.8). Por combinación de diferentes filtros pueden seleccionarse bandas espectrales relativamente estrechas (figura 1.8).

Los filtros de interferencia consisten en un dieléctrico transparente (frecuentemente, fluoruro cálcico o magnésico) recubierto en ambos lados con dos finas capas de plata semirreflectante. (Figura 1.9)

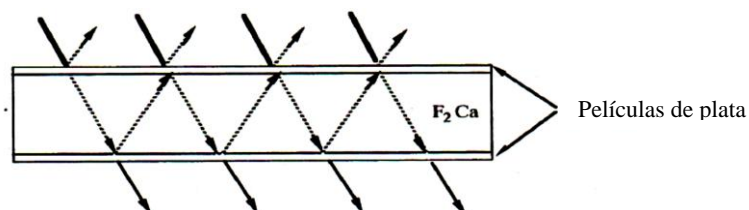


Figura 1.9: Filtro de interferencia

Nota. Fuente: Espectrofotometría de Absorción Ultravioleta-Visible. (2009, Marzo 9). OCW de la Universidad de Salamanca. Recuperado el 1 de abril de 2014 de: http://ocw.usal.es/ciencias-experimentales/analisis-aplicado-a-la-ingenieria-quimica/contenidos/course_files/Tema_3.pdf#page=24&zoom=auto,0,446

Cuando un haz de radiación incide sobre este dispositivo, una fracción atraviesa la primera capa metálica, mientras que la restante se refleja. La parte que ha pasado sufre una reflexión similar al llegar a la segunda capa metálica. Si la parte reflejada en la segunda interacción es de longitud de onda adecuada, se refleja, en parte, desde la cara interior de la primera capa en la fase con la radiación incidente de la misma longitud de onda. El resultado es que se refuerza esa determinada longitud de onda, mientras que la mayoría de las otras, fuera de fase, sufren una interferencia destructiva. Estos filtros proporcionan anchuras de banda menores y transmitancias de pico mayores que los filtros de absorción. Se dispone de filtros de interferencia para todas las zonas de las regiones ultravioleta y visible, así como parte del infrarrojo. (Espectrofotometría de Absorción Ultravioleta-Visible, 2009)

1.5.3 Métodos potenciométricos

Los métodos potenciométricos son aquellos que miden la diferencia de potencial entre dos electrodos de una célula galvánica en condiciones de intensidad de corriente cero, siendo su objetivo determinar la concentración de los analitos a partir de los datos de potenciales de electrodo. (Métodos potenciométricos, 2009)

La potenciometría puede usarse desde dos puntos de vista:

- Potenciometría directa, consistente en la determinación de la actividad de una especie de forma directa, a través de la medida de un potencial eléctrico.
- Valoración potenciométrica, para localizar el punto de equivalencia de una valoración analítica (volumétrica o coulombimétrica)

El equipo requerido para los métodos potenciométricos está formado por dos electrodos sumergidos en una disolución y conectados a un pHmetro o milivoltímetro. Uno de los electrodos es el electrodo indicador, que se escoge de tal manera que el potencial de semicélula responda a la actividad de la especie en disolución que se quiere determinar. El otro electrodo es el electrodo de referencia cuyo potencial permanece invariable en determinadas condiciones.

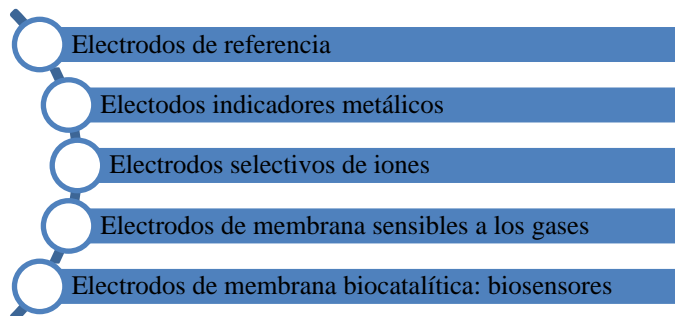
El potencial de la célula está dado por:

$$E_{\text{célula}} = E_{\text{indicador}} - E_{\text{referencia}} + E_{ij}$$

Siendo E_{ij} el indicador de unión líquida.

El electrodo indicador es de gran importancia en las medidas potenciométricas, ya que debe interactuar con la especie de interés, de manera que su potencial ($E_{\text{indicador}}$) refleje la actividad de esa especie en disolución y no la de otras especies que se encuentren en la misma muestra, que pueden representar interferencias. (Métodos potenciométricos, 2009)

Los electrodos indicadores que respondan selectivamente a numerosas especies de interés analítico, se pueden clasificar como el esquema 1-25.



Esquema 1-25: Tipos de electrodos

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Métodos potenciométricos. (2009, Marzo 9). OCW-USAL. Recuperado el 26 de mayo de 2014 de: http://ocw.usal.es/ciencias-experimentales/analisis-aplicado-a-la-ingenieria-quimica/contenidos/course_files/Tema_8.pdf

1.5.3.1 *Electrones de iones selectivos*

Los electrodos selectivos de iones son medios de medición casi ideales debido a su aptitud para vigilar selectivamente la actividad de ciertos iones en disolución, tanto continua como no destructivamente no contaminando la muestra y además no le afecta el color o la turbidez de la misma. Consiste en un proceso de intercambio iónico o un fenómeno relacionado, como complejación o precipitación, con los sitios activos en la superficie o en la capa hidratada del electrodo. El potencial de un electrodo selectivo de iones está compuesto por dos o más contribuciones provenientes de los diferentes procesos en las interfases y en el seno del material de la membrana activa. Si ocurre una separación de cargas entre los iones presentes en una interfase, se genera una diferencia de potencial a través de la misma. El problema radica en

encontrar una interfase cuya composición favorezca selectivamente un tipo iónico sobre todos los demás. (Electrodos selectivos de iones, 2004)

$$E = \text{cte} + 0.059/n \log a_{\text{catión}}$$

$$E = \text{cte} - 0.059/n \log a_{\text{anión}}$$

Los electrodos selectivos de iones miden actividades iónicas, la concentración termodinámicamente efectiva del ion libre. Puesto que normalmente deseamos conocer concentraciones, no actividades, se usan a menudo sales para llevar todos los patrones y muestras a una fuerza iónica alta constante para que el potencial del electrodo esté relacionado directamente con la concentración.

Las membranas sensoras son de tres tipos, de acuerdo con el material que están constituidas: vidrio, estado sólido y matriz sólida (intercambio iónico líquido). (Electrodos selectivos de iones, 2004)

a) Electrodos de membrana de vidrio: pertenecen a los electrodos de vidrio que están en la categoría de sitio fijo de los electrodos de membrana de intercambio iónico. Esto quiere decir que los sitios activos en la superficie o en la capa hidratada del vidrio, no están libres para desplazarse durante el tiempo en que se realiza la medición. El potencial del electrodo resulta de una combinación de factores de intercambio catiónico y movilidad catiónica que conducen a una acumulación de carga en la interfase vidrio-disolución. La relación de selectividad observada de estos electrodos es el producto de la constante de equilibrio de intercambio iónico entre los sitios y la disolución, y la relación de movilidad de los iones que se intercambia en la capa hidratada del vidrio. Por lo tanto, las propiedades de selectividad de un electrodo determinado pueden optimizarse ajustando estos parámetros mediante la alteración de la composición del vidrio.

Tres subtipos de electrodos de vidrio y los órdenes de selectividad:

- Tipo pH: $H^+ \gg Na^+ > K^+, Rb^+, Cs^+, \dots > Ca^{2+}$
- Tipo sensible a cationes: $H^+ > K^+ > Na^+ > NH_4^+, Li^+, \dots > Ca^{2+}$
- Tipo sensible a sodio: $Ag^+ > H^+ > Na^+ > K^+, Li^+, \dots > Ca^{2+}$

Como regla general, la selectividad catiónica (sobre el ion hidrógeno) se logra adicionando elementos que tienen números de coordinación más elevados que sus grados de oxidación. Los vidrios que contienen menos de 1% de Al_2O_3 , permiten obtener electrodos con buena respuesta al pH y poca respuesta a iones metálicos. Por lo general, los vidrios con una composición de aproximadamente 27% Na_2O , 5% Al_2O_3 , 68% SiO_2 muestran una respuesta a los cationes. Los vidrios con una composición de 11% Na_2O , 18% Al_2O_3 , 71% SiO_2 son altamente selectivos al sodio en relación con otros iones metálicos alcalinos. (Electrodos selectivos de iones, 2004)

b) Electrodos de estado sólido: Los sensores de estado sólidos no vítreos sustituyen la membrana de vidrio por una membrana iónicamente conductora. El cuerpo del electrodo está compuesto por una formulación epóxida químicamente resistente. Unida al cuerpo del electrodo se encuentra la membrana sensora, que se compone de un material único, puro, no poroso, con superficie homogénea en forma de espejo de baja microporosidad, que mantiene en un mínimo la retención de la muestra.

Un electrodo de estado sólido característico es el electrodo de fluoruro:

$\text{Ag} / \text{AgCl}_{(s)}, \text{Cl}^-(0.1 \text{ M}), \text{F}^-(0.1\text{M}) / \text{LaF}_{3(s)} / \text{muestra} // \text{electrodo de referencia}$

$$E = \text{Cte} + \frac{RT}{F} \ln \frac{[\text{F}^-]_{\text{int}}}{[\text{F}^-]_{\text{ext}}}$$

$$E = \text{Cte} + 0.0591 \text{ pF}$$

Un grupo de electrodos selectivos de iones de estado sólido se basa en una membrana policristalina de Ag_2S . Este electrodo responde a Ag^+ y S^{2-} . Si tal membrana de sulfuro de plata puro se altera dispersando dentro de ella otro sulfuro metálico, como CuS , CdS o PbS , se obtiene el electrodo selectivo metálico correspondiente.

Los electrodos selectivos de aniones cloruro, bromuro, yoduro y tiocianato están constituido por cristales mixtos de $\text{AgX-Ag}_2\text{S}$, respectivamente. (Electrodos selectivos de iones, 2004)

c) Electrodo de matriz sólida o líquida: La membrana sensora de un electrodo de matriz sólida usa un intercambiador de iones permanente enclavado en un material de plástico, fijado al cuerpo del electrodo. La membrana separa la disolución interna de llenado y de referencia respecto de la disolución externa de la muestra.

Los electrodos selectivos de iones calcio usan una sal de calcio del ácido bis (2-etilhexil)-fosfórico. La disolución interna acuosa de llenado consiste en una concentración fija de iones calcio e iones cloruro. Para el electrodo de nitratos (o fluoroboratos), se usa un grupo con sitios de asociación de paredes de iones de níquel (II)-1,10-fenantrolina. Estos electrodos de membrana líquida responden exactamente a los iones Ca^{2+} , ClO_4^{2-} , NO_3^- y BF_4^- . (Electrodos selectivos de iones, 2004)

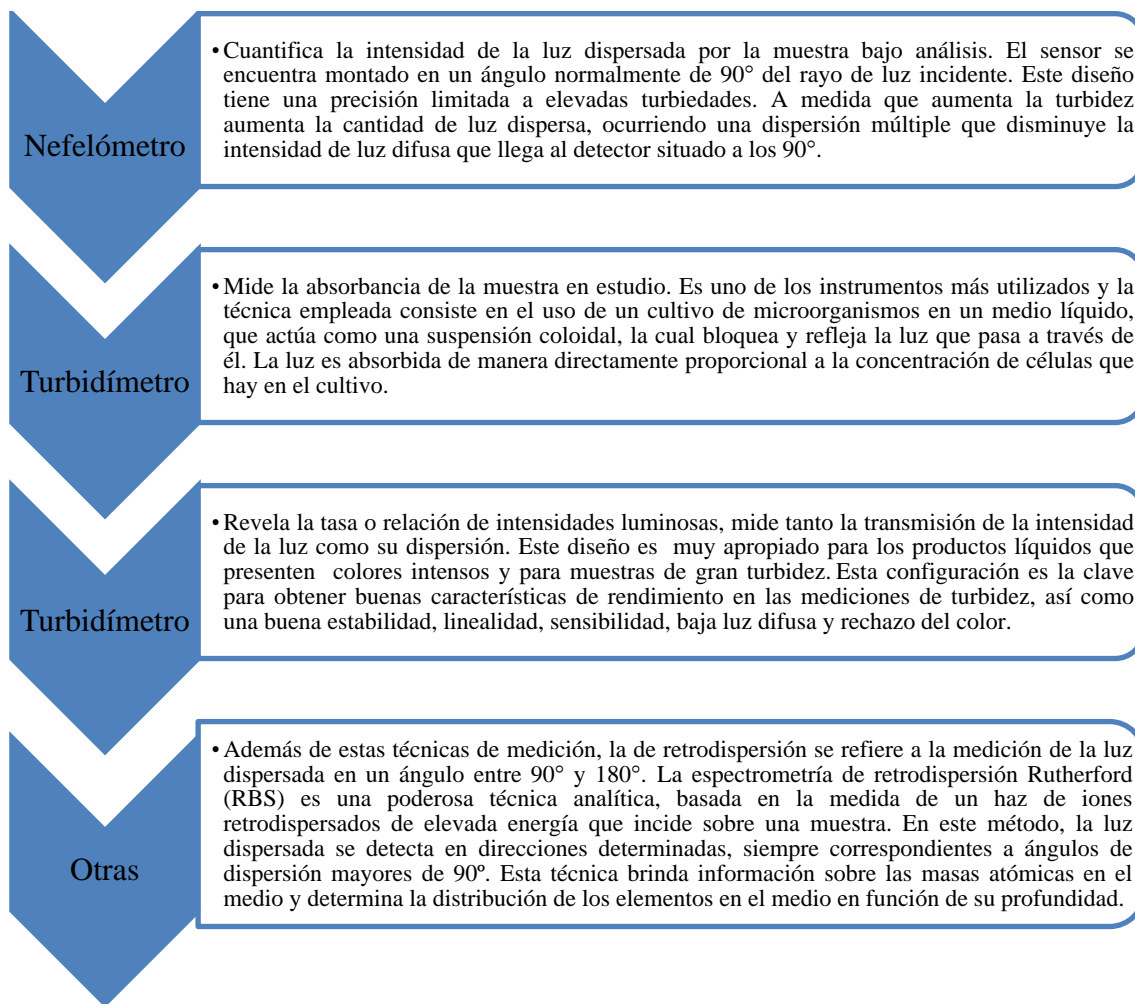
d) Electrodo sensor de gases: Para aislar al analito de posibles interferencias presentes en la muestra, se usa una membrana permeable al gas. Una capa amortiguadora delgada sirve para atrapar el analito en forma gaseosa y convertirlo en alguna especie iónica que pueda detectarse potenciométricamente.

Existen sensores de gases para la medición de dióxido de carbono, nitrito, amoníaco y dióxido de azufre. (Electrodos selectivos de iones, 2004)

1.5.4 Método turbidimétricos

Las técnicas de turbidimetría o nefelometría se utilizan para la medición de turbidez. La relación directa entre los datos de turbidez y la concentración de sólidos suspendidos depende de muchos factores, entre los cuales se incluye el tamaño de las partículas, la forma, la distribución y el estado de la superficie, índice de refracción de las partículas de dispersión y de la longitud de onda de la luz utilizada. (Acebo González, D. & Hernández García, A.T., 2013)

Hay tres diseños básicos de medidores de turbidez, ver figura 1.10.



Esquema 1-26: Diseños básicos de medidores de turbidez

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Acebo González, D. & Hernández García, A.T. (2013). Los métodos turbidimétricos y sus aplicaciones en las ciencias de la vida. Revista CENIC. 44 (1). Recuperado de: <http://revista.cnic.edu.cu/revistaCB/articulos/los-m%C3%A9todos-turbidim%C3%A9tricos-y-sus-aplicaciones-en-las-ciencias-de-la-vida>

En la figura 1.10 se representan las técnicas para la medición de turbidez.

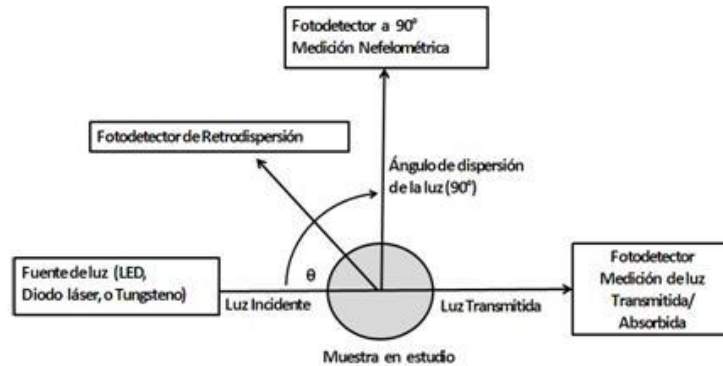


Figura 1. 10: Técnicas para la medición de turbidez.

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a Acebo González, D. & Hernández García, A.T. (2013). Los métodos turbidimétricos y sus aplicaciones en las ciencias de la vida. Revista CENIC. 44 (1). Recuperado de: <http://revista.cnic.edu.cu/revistaCB/articulos/los-m%C3%A9todos-turbidim%C3%A9tricos-y-sus-aplicaciones-en-las-ciencias-de-la-vida>

1.5.4.1.1 Fuente de luz

Generalmente se consideran emisores optoelectrónicos aquellos dispositivos que son capaces de convertir energía eléctrica en luz. Existen varios tipos de emisores o fuentes de luz, como los termoluminiscentes (bombillas), electroluminiscentes (LED y láseres) y los basados en plasma (halógenos). (Acebo González, D. & Hernández García, A.T., 2013)

Un ejemplo de fuente de luz utilizada comúnmente en las mediciones de turbidez es la lámpara de filamento de tungsteno incandescente, la cual contiene una banda espectral con diferentes longitudes de onda. Esta característica pudiera ser una desventaja para su uso, ya que la producción de numerosas longitudes de onda puede llevar a obtener una menor intensidad de la luz dispersada.

Otros dispositivos también muy utilizados como fuente de luz en las mediciones de turbidez, son los LEDs (light-emitting diodes). Holonyak desarrolló el primer LED en 1962 sobre la base de capas de GaAsP y logró emitir con luz roja. Desde entonces, los LEDs, han desempeñado un papel prominente como sensores ópticos. Estos dispositivos semiconductores capaces de emitir una radiación electromagnética cuando son polarizados en forma directa. La longitud de onda emitida depende del material semiconductor usado y de su dopaje (proceso donde se agregan impurezas a un material semiconductor en su forma pura, las cuales no son más que átomos de otro elemento que modifican las propiedades de conducción del material). Se

pueden adquirir LEDs de diversas longitudes de onda, por ejemplo, verde (565 nm), amarillo (590 nm), naranja (632 nm), rojo (649 nm), azul (470 nm) y en el infrarrojo cercano.

Los LEDs ofrecen un mayor número de ventajas en comparación con otras fuentes de luz utilizadas en aplicaciones optoelectrónicas. Estos, incluyen mayor tiempo de vida, bajo costo, menor consumo de energía, mayor brillo, construcción robusta, configuración flexible, una mayor pureza espectral, pequeño tamaño y un amplio intervalo espectral (247-1550 nm, intervalo espectral de los LEDs disponibles comercialmente).

El diodo láser, como otro ejemplo de fuente de emisión, se obtuvo como resultado del desarrollo del diodo LED. La palabra láser (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) en español se traduce como Amplificación de la luz por emisión estimulada de radiación. El diodo láser es un dispositivo que utiliza un principio de la mecánica cuántica: la emisión inducida o estimulada para generar un haz de luz coherente de un medio adecuado y con el tamaño, la forma y la pureza controlados. Refiriéndose al proceso cuántico, la luz característica emitida por electrones cuando pasan de un estado de gran energía a un estado de menor energía, estimula a otros electrones a efectuar una trayectoria similar (pasar de un estado de mayor energía a otro de menor energía). El resultado es una luz sincronizada que sale del material. Una característica importante es que la luz emitida no solo tiene la misma frecuencia (monocromática), sino que es monofásica (está en fase), también está sincronizada y se obtiene como resultado un rayo de luz muy preciso. (Acebo González, D. & Hernández García, A.T., 2013)

1.5.4.1.2 Detectores

En los turbidímetros el haz de luz resultante de la interacción entre la luz incidente y la muestra será detectado por el fotodetector y como resultado, la señal electrónica producida se procesa y se convierte entonces en un valor de turbidez. La ubicación del detector en el turbidímetro varía de acuerdo con la configuración del diseño en el instrumento. Existen cuatro detectores que se utilizan frecuentemente en los turbidímetros, estos son, los tubos fotomultiplicadores, los fotodiodos de vacío, y de silicio, así como los fotoconductores de sulfuro o de cadmio.

Estos detectores se diferencian por su respuesta espectral, de acuerdo con la longitud de onda del haz de luz incidente (Figura 1.11). Los fotomultiplicadores utilizados en la instrumentación nefelométrica tienen picos de sensibilidad espectral en el ultravioleta cercano y en el espectro del azul visible. Requieren un suministro de alta tensión bien ajustado para mantener una buena estabilidad en la medición. El fotodiodo de vacío generalmente exhibe una respuesta espectral similar a la de un fotomultiplicador, pero un poco más estable. Sin embargo, sus características se ven afectadas por las condiciones del medio ambiente, en particular, la humedad. Los fotodiodos de silicio generalmente tienen un máximo de sensibilidad espectral en la región visible del rojo o del infrarrojo cercano. El fotoconductor de sulfuro o de cadmio tiene este máximo entre la respuesta espectral del fotomultiplicador y del fotodiodo de silicio. (Acebo González, D. & Hernández García, A.T., 2013)

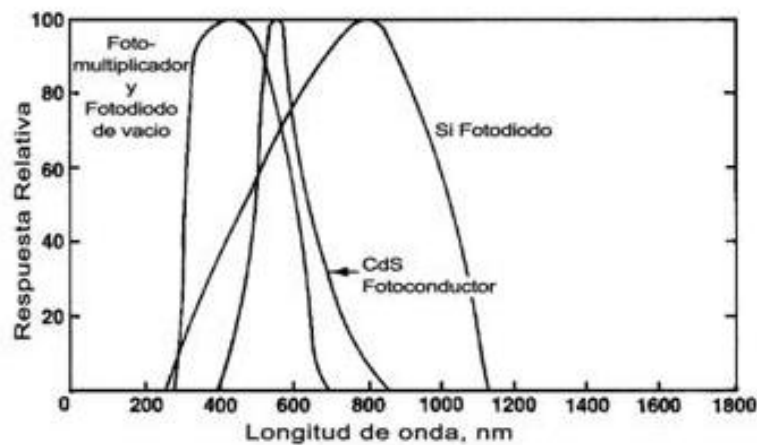


Figura 1.11: Características típicas de la respuesta espectral de cuatro tipos de fotodetectores

Nota. Fuente: Acebo González, D. & Hernández García, A.T. (2013). Los métodos turbidimétricos y sus aplicaciones en las ciencias de la vida. Revista CENIC. 44 (1). Recuperado de: <http://revista.cnic.edu.cu/revistaCB/articulos/los-m%C3%A9todos-turbidim%C3%A9tricos-y-sus-aplicaciones-en-las-ciencias-de-la-vida>

Los recientes avances en la ingeniería de materiales y en la microelectrónica han permitido desarrollar fotodetectores con el objetivo de mejorar sus prestaciones y extender su campo de utilización a la identificación de los microorganismos. En consecuencia, se ha desarrollado una gran variedad de fotodetectores de alta tecnología como los fotodiodos de silicio.

El uso de los fotodetectores de silicio elimina muchos de los problemas relacionados con el ruido en la medición, al detectar la señal dispersada o transmitida. Debido a su estabilidad elevada, gran intensidad y la posibilidad de detectar diferentes longitudes de onda en el espectro visible y ultravioleta. Estos sistemas pueden medir la absorbancia o la fluorescencia, o ambas inclusive lo que posibilita su empleo para determinar la concentración de bacterias, vitaminas (riboflavina), fármacos, proteínas y aminoácidos en muestras biológicas.

1.5.4.1.3 Diseño general de un sistema para la medición de turbidez

Generalmente, un sistema para la medición de turbidez consta de la fuente de luz, la muestra en análisis y del fotodetector (fotodiodo, fotorresistencia, etc.) (Figura 1.12). En estos sistemas, la fuente de emisión de luz (ejemplo los LEDs), tiene la capacidad de emitir a una longitud de onda determinada, existe un recipiente cristalino o frasco donde se coloca la muestra en estudio y el fotodetector se comporta como receptor de los fotones o sensor óptico. Dicho fotodetector se encuentra antes de un bloque de acondicionamiento, que permite amplificar y filtrar las señales emitidas por él en forma de impulsos eléctricos. Estas señales pueden ser introducidas en una Unidad Central de Procesamiento y Control (UCPC) encargada de la conversión analógico-digital de la señal de entrada y de cumplir con las tareas del procesamiento digital, como la cuantificación y el procesamiento matemático con el objetivo de proporcionar el resultado requerido, además de mostrar el valor de la turbidez medida después del procesamiento digital. Asimismo, la UCPC es capaz de generar y controlar una señal con determinadas características para estimular la fuente de emisión de luz. (Acebo González, D. & Hernández García, A.T., 2013)

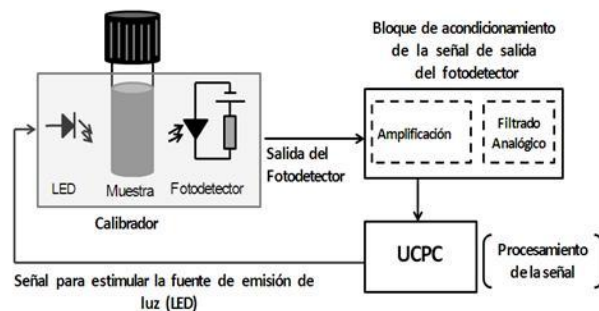


Figura 1.12: Esquema general de un sistema para la medición de turbidez.

Nota. Fuente: Acebo González, D. & Hernández García, A.T. (2013). Los métodos turbidimétricos y sus aplicaciones en las ciencias de la vida. *Revista CENIC*. 44 (1). Recuperado de: <http://revista.cnic.edu.cu/revistaCB/articulos/los-m%C3%A9todos-turbidim%C3%A9tricos-y-sus-aplicaciones-en-las-ciencias-de-la-vida>

Para el diseño de un sistema de medición de turbidez es importante conocer el espectro de absorción de la muestra que se quiere determinar, esto es, a qué longitud de onda de la radiación incidente causará la máxima absorción la especie en estudio para obtener la mejor sensibilidad en su cuantificación. En general, sobre la sensibilidad del diseño en el método a utilizar, pueden influir: la longitud de onda, la intensidad y la frecuencia de la corriente eléctrica de estimulación, así como el ángulo de incidencia de los fotones para el sensor (foto detector) utilizado. (Acebo González, D. & Hernández García, A.T., 2013)

1.6 Equipos para análisis químicos.

Los equipos que se describen a continuación son en su mayoría con los que se cuenta en el laboratorio de Geotermia de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos FIA-UES, dichos equipos están a disposición de estudiantes y profesores que deseen hacer análisis en el laboratorio, es de suma importancia que estos sean utilizados adecuadamente y que existan los manuales adecuados que faciliten su manejo.

1.6.1 Multiparámetro marca Oakton, modelo 501

El multiparámetro marca Oakton, modelo 501 (ver figura 1.13), es un equipo bastante versátil que combina hasta cinco mediciones en un medidor de tamaño bolsillo. Posee una pantalla grande vertical que es fácil de leer. Exactitud hasta de ± 0.01 para pH; $\pm 1\%$ de escala completa para EC/TDS/sal. Ideal para aplicaciones de laboratorio e industriales. Cubierta aprueba de agua y polvo, además flota. Sensor de larga duración con junta de referencia PVDF. El volumen de gel de polímero de referencia le da al sensor un largo período de vida, libre de obstrucciones. Compartimiento de pilas a prueba de agua. Tecla de calibración. Congela la lectura hasta que usted la pueda registrar. Apagado automático. Da lecturas exactas aún con temperaturas fluctuantes. (Oakton instruments - Catálogo Electroquímica y Temperatura, 2009)

Aplicaciones: Calidad del agua: Hidropónicas/agricultura, laboratorios de investigaciones, verificaciones de procesos industriales.



Figura 1.13: Oakton, Modelo 501

Nota. Fuente: Oakton instruments - Catálogo Electroquímica y Temperatura. (2009). Oakton Sitio Web: <http://www.equipar.com.mx/web2012/wp-content/uploads/2012/10/Catalogo-2010.pdf>

1.6.2 Espectrofotómetro ultravioleta visible marca Shimadzu, modelo uv1800

El modelo UV-VS 1800 (ver figura 1.14), posee un ancho de banda medio nominal de 1 nm. Rango espectral: 190 - 1100nm (ajustable en pasos de 0,1 nm a través del teclado, con visualización en la pantalla). Velocidad de barrido entre 2 y 3000 nm/min. Fuente de Luz: Lámpara de tungsteno-halógeno de 20W (2000 horas de vida). Lámpara de deuterio con zócalo (no requiere alineación); Ajuste automático de posición de las lámparas para máxima sensibilidad. El detector es un fotodiodo de silicio. Ofreciendo una variedad de prestaciones fáciles de manejar, el UV-1800 puede utilizarse tanto en forma autónoma o controlada por una PC. El UV-1800 ofrece compatibilidad con 9 ítems JIS: exactitud de longitud de onda, repetibilidad de longitud de onda, resolución, luz espuria, exactitud fotométrica, repetibilidad fotométrica, uniformidad de la línea de base, estabilidad de la línea de base, y nivel de ruido. Equipado en forma estándar con diversos modos de medición, permite realizar una gran variedad de aplicaciones: Modo Fotométrico, Modo Espectro, Modo Cinético, Modo Cuantitativo y Modo biométrico estándar. (Díaz y Compañía Ltda., 2008)



Figura 1.14: Shimadzu, Modelo Uv1800

Nota. Fuente: Díaz y Compañía Ltda. (2008). Espectrofotómetro UV-VIS UV1800. Equilab. Recuperado el 07-08-2014, de Equilab Sitio web: http://www.equilab.cl/es/pdf/destacados/shimadzu_uv1800_w.pdf

1.6.3 Multiparámetro marca Hanna, modelo 9828

El medidor multiparamétrico portátil con receptor GPS de HANNA HI 9828 (ver figura 1.15), controla hasta 13 parámetros diferentes de la calidad del agua (6 medidos, 7 calculados): pH, pH/mV, ORP, % saturación OD, mg/l OD, CE, CE Absoluto, resistividad, TDS, salinidad, gravedad específica del agua de mar, presión atmosférica y temperatura. Las mediciones procedentes de diferentes puntos específicos se localizan con información detallada de las coordenadas y pueden ser visualizadas inmediatamente en el display. La información GPS puede ser transferida a un PC mediante el software HI 929828 de HANNA. También se puede ver la información GPS mediante un software de cartografía de GPS como Google maps. Cada parámetro dispone de ayuda contextual en pantalla, tanto en modo calibración como durante la medición. Diseñado para ser usado al aire libre, el instrumento es resistente a impactos e impermeable según norma IP67 (30 minutos de inmersión bajo 1 m de agua). La sonda multisensor puede ser dejada bajo el agua. (Hanna Instruments, 2008)



Figura 1. 15: Multiparámetro Hanna, Modelo 9828

Nota. Fuente: Hanna Instruments. (2000). HI 9828 medidor multiparamétrico. 02-08-2014, de Hanna Sitio web: http://www.interempresas.net/FeriaVirtual/Catalogos_y_documentos/80712/CATALOGO_HI_9828_CON_GPS.pdf

1.6.4 Fotómetro portátil de turbidez, Cl₂ libre y total, pH, Br, I, Cys y Fe r. bajo C 102 - 93102, Hanna

Fotómetro portátil para un completo análisis del agua: turbidez, Cloro, pH, Bromo, Hierro, Iodo y Ácido Isocianúrico. HI 93102 (ver figura 1.16) es un instrumento robusto y práctico de usar en campo, que permite realizar medidas precisas y al mismo tiempo veloces. Es

calibrable por el usuario en cualquier punto del rango de medida de turbidez y puede memorizar hasta 25 muestras. La fuente luminosa es una lámpara LED verde, el sensor son dos fotocélulas de silicio, puede trabajar a condiciones de 0 a 50 ° C y a 95% de H.R máximo. (Hanna Instruments, 2010)



Figura 1. 16: Fotómetro portátil de turbidez

Nota. Fuente: Hanna Instruments. (2010). Hanna Instruments Aseguramos la calidad. 02-04-2014, de Hanna Arg Sitio web: http://www.hannaarg.com/folleto/manual_de_mant_piscinas_08.pdf

1.6.5 Hi 98129 medidor de pH, EC/TDS & temperatura resistente al agua

El HI 98129 (ver figura 1.17) es un medidor resistente al agua que ofrecen mediciones de alta precisión de pH, EC/TDS y temperatura en un solo probador. No necesita cambio de probadores para realizar sus mediciones de rutina. Estos medidores combinados flotantes, a prueba de agua tienen una pantalla LCD de fácil lectura y apagado automático. Las lecturas de pH y EC/TDS poseen compensación automática de temperatura. Este medidor dispone de un cartucho de electrodo de pH reemplazable con una unión de tela extensible, así como un electrodo de grafito de EC/TDS. La unión de tela extensible proporciona una vida prolongada del electrodo y el cartucho reemplazable de pH, quiere decir que este probador no necesita ser desechado cuando el sensor de pH esté agotado. El factor de conversión de EC/TDS es seleccionable por el usuario, así como el coeficiente de compensación de temperatura (β). (Hanna Instruments, 2005)



Figura 1.17: Medidor HI 98129

Nota. Fuente: Hanna Instruments. (2005). Manual de Instrucciones HI98129 MEDIDOR DE pH, EC/TDS & TEMPERATURA RESISTENTE AL AGUA. 05-05-2014, de Hanna Inst Sitio web: www.hannaint.es

1.6.6 Multiparámetro portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ conductividad/oxígeno disuelto

El medidor A329 Thermo Scientific Orion Star pH / Oxígeno ISE / Conductividad / RDO / Disuelto Portable (ver figura 1.18) es una buena opción para las mediciones multiparamétricas avanzadas de campo. Se puede obtener la información que necesita de forma rápida y sencilla desde la pantalla gráfica LCD grande, retro iluminada. La pantalla informativa puede mostrar cada parámetro con la temperatura individualmente o los tres con la temperatura en una pantalla. Iconos muy útiles adicionales incluyen el estado del electrodo, la hora, la fecha, muestra de ID, ID de usuario y puntos de calibración. Las características avanzadas tales como las opciones de estabilidad y de promediado proporcionan opciones adicionales que permiten la precisión de laboratorio o donde lo necesite. Tiene indicaciones en pantalla en lenguaje sencillo, teclas de función que se actualizan para la selección fácil y una interfaz multilingüe que soporta los idiomas inglés, español, francés, italiano, alemán y chino. Las cerraduras cuentan AUTO-READ en la lectura estable en su pantalla, las alertas del indicador listas cuando las lecturas son estables y la lectura cronometrada recoge datos en intervalos de tiempo específicos. (Thermo Scientific, 2012)



Figura 1.18: Multiparámetro portátil Thermo Scientific

Nota. Fuente: Thermo Scientific. (2012). Thermo Scientific Orion catálogo de productos de laboratorio • pH • ISE • Oxígeno Disuelto • Conductividad • Colorimetría • Turbidez. 07-06-2014, de Thermo Scientific Orion® Sitio web: <http://www.laboaragon.com/docs/marcas/orion/Orion%20Catalogo%20General.pdf>

1.6.7 Labquest Vernier

Vernier LabQuest (ver figura 1.19) es una interfaz independiente utilizada para recoger datos de los sensores con la aplicación integrada de gráficos y análisis. La gran pantalla táctil de alta resolución hace que sea fácil e intuitivo para recopilar, analizar y compartir datos de los experimentos. Su conectividad inalámbrica fomenta la colaboración y el aprendizaje personalizado. También puede utilizar LabQuest como una interfaz de ordenador utilizando el software Logger Pro para funciones de análisis y de vídeo avanzada. Características principales: Interfaz independiente y un ordenador con una pantalla táctil, compatible con todos los sensores Vernier, recogida de datos rápidos, recargables, batería de gran capacidad, compatible con Windows y Macintosh y actualizaciones de software gratuitas. (Vernier Software & Technology, LLC, 2007).



Figura 1.19: Labquest Vernier

Nota. Fuente: Vernier Software & Technology, LLC (2007). LabQuest Quick-Start Guide. Recuperado el 06 de mayo de 2014, de Vernier Sitio web: http://www.vernier.com/files/manuals/labquest_quickstart_guide.pdf

1.7 Validación Estadística.

La Validación es la confirmación mediante examen y entrega de evidencia objetiva de que se cumplen los requisitos particulares para un uso previsto específico. La Validación de un método de ensayo es la demostración de que un método de ensayo es apto para un uso previsto. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009).

En la práctica, que un método analítico sea adecuado para un determinado propósito se determina mediante estudios de validación, y éstos proporcionan información sobre el procedimiento completo y sobre la influencia de factores individuales, de tal forma que pueden ser aplicados además a la estimación de la incertidumbre asociada con los resultados de los métodos en uso.

Los métodos de validación de los procedimientos analíticos están muy estrechamente vinculados a los métodos de desarrollo de dichos procedimientos y a veces no es posible determinar exactamente dónde termina el desarrollo del método y dónde comienza la validación. La mayoría de las características de los métodos asociados a los procesos de validación han sido de hecho evaluadas, al menos aproximadamente, en el desarrollo del método.

Un procedimiento debe ser validado en mayor o menor extensión cuando (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009):

- Se desarrolla un método nuevo para resolver un problema particular;
- Un método establecido se modifica para incorporar mejoras o extenderlo a un nuevo problema;
- El control de calidad indica que un método establecido está cambiando con el tiempo;
- Un método establecido se usa en un laboratorio diferente, o con diferentes analistas o instrumentación;
- Se pretende demostrar la equivalencia entre dos métodos, uno nuevo y uno estándar.

Es preciso aclarar que aun cuando el procedimiento analítico haya sido aceptado sin cambios de una fuente reconocida (como sucede típicamente, por ejemplo, con los procedimientos estandarizados para los laboratorios de calidad de agua), y posea una documentación de validación apropiada, no resulta recomendable asumir que la misma se ajusta a las condiciones del Laboratorio sin antes comprobar y garantizar, con todas las acciones necesarias, que el laboratorio es capaz de alcanzar los niveles de aptitud declarados en el procedimiento.

1.7.1 Diseño de la validación

Para que los resultados de la validación sean confiables ante cualquier cliente, incluidos los Órganos Internacionales, Regionales y Nacionales de Acreditación, los diseños empleados deben ajustarse a alguna de las guías y/o documentos técnicos emitidos por Instituciones, Comités y/o publicaciones reconocidas internacionalmente. En este sentido se han redactado guías, metodologías y otros documentos técnicos en el campo del análisis de los alimentos y de productos farmacéuticos, que abordan los aspectos vinculados al proceso de medición en su conjunto de manera amplia y rigurosa. En el campo del análisis de agua (industrial, de consumo humano y aguas residuales) las referencias documentales más utilizadas tratan el tema de una manera más general, sin profundizar en el mismo. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

Es de señalar que, sin estar vinculadas a un campo de análisis en específico, las guías de EURACHEM y de IUPAC consideran las situaciones que en general pueden presentarse en un laboratorio de ensayo.

Lo cierto es que independientemente de la rama con la que están vinculadas las entidades que han emitido cualquiera de los documentos anteriormente mencionados, éstos son aplicables en cualquier campo del análisis, haciendo las consideraciones y ajustes necesarios.

Es importante tener en cuenta además, que antes de emprender un proceso de validación es preciso asegurar que el equipamiento a emplear posee la calibración requerida, los insumos (reactivos, materiales consumibles, etc.) se corresponden con las especificaciones establecidas, y que el personal que llevará a cabo tanto la parte experimental como la interpretación de los datos, posee la experiencia adecuada.

1.7.2 Alcance de la validación

El alcance de la validación de un procedimiento introducido en rutina dependerá de cuán completo fue el proceso de desarrollo del procedimiento, de la naturaleza de los cambios realizados una vez aplicado éste y de la confiabilidad de la fuente de la que fue tomado. Algunas recomendaciones generales al respecto se dan en la literatura especializada. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

El alcance de la validación debe ser establecido sobre la base de un adecuado compromiso entre costo y rigor: o sea, tratando de minimizar la cantidad de trabajo experimental requerido para obtener la información necesaria con una confiabilidad aceptable.

Existe profusa literatura sobre los métodos de validación mediante estudios inter laboratorios. Están además disponibles un gran número de protocolos y otras publicaciones relacionados con este tipo de validación. Estos resultan los métodos de validación más completos y proporcionan la mayor cantidad de información sobre los procedimientos analíticos. Por eso,

cuando un método es desarrollado para un amplio uso, como ocurre con los procedimientos estándar, es imprescindible este tipo de validación.

No obstante, en la vida normal de un Laboratorio esto no siempre es posible. Los métodos que aplica el Laboratorio pueden no tener una amplia aplicación en otros Laboratorios: esto pasa frecuentemente en los laboratorios industriales, que se enfrentan a la realidad de que no existen otros laboratorios interesados en participar en este tipo de ensayos. En esos casos pueden ser empleados los métodos de validación en un sólo Laboratorio, los comúnmente denominados métodos de validación “in house”.

Que la validación en un único laboratorio pueda ser aceptada para fines oficiales depende de las disposiciones de cada área con respecto a las mediciones específicas de que se trate. Esto puede ser establecido por los organismos reguladores mediante sus políticas. Un ejemplo de este hecho son las disposiciones de los reguladores de las aguas potables en Inglaterra donde tales validaciones están permitidas, bajo ciertas restricciones.

Basándonos en esto, se puede recomendar, para los Laboratorios de Calidad del Agua, una validación en diferentes etapas (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009):

- un diseño de validación dentro del laboratorio (“in house”).
- un diseño gradual de validación en tres etapas: dentro del laboratorio; con uno o dos laboratorios externos y finalmente un estudio inter laboratorio.

En general, el reconocimiento oficial de un método requiere una caracterización basada en estudios inter laboratorios apropiados.

El alcance de la validación implica definir:

- Características de las muestras (matriz). En el ejemplo de la matriz agua, deberá especificarse por ejemplo: potable, uso industrial, efluentes de desecho, etc.
- Tipo de información: cuantitativa y/o cualitativa.
- Requerimientos del cliente sobre la calidad de los resultados (en el ejemplo, estas son usualmente las Normas de Calidad de Agua de aplicación local).

- Condiciones del laboratorio (hay que definir si se van a emitir resultados aplicando el procedimiento en uno o varios equipos, en un mismo laboratorio o en laboratorios diferentes, y entonces es obvio que el diseño deberá tener en cuenta tales circunstancias).
- Los parámetros a evaluar y sus valores críticos de acuerdo a los requerimientos establecidos.

Suele suceder que el cliente establece requerimientos en costo y tiempo y no en términos de confiabilidad de los resultados; esto queda entonces a criterio del Laboratorio, en cuyo caso éste deberá establecerlos sobre la base de las posibilidades de los procedimientos disponibles.

Los métodos estándar que están disponibles fueron desarrollados y validados, sin embargo algunas veces no incluyen todas las características del método, por ejemplo la calibración.

Por eso, estos métodos deben ser considerados como métodos recomendados de base, y partir de allí cada método debe adaptarse y validarse a las condiciones de cada laboratorio.

Esta sección se ha fundamentado en presentar los requerimientos necesarios para evaluar y validar en un Laboratorio aquellos procedimientos analíticos que están basados en métodos recomendados, ya sean normalizados, estandarizados o publicados por organismos de reconocido prestigio internacional (EPA, ASTM; TAPPI, AOAC, etc.).

1.7.3 Características a evaluar

En esta guía se ha acordado que para validar un método, se deben evaluar las siguientes características:

1.7.3.1 Selectividad/Especificidad

Aun cuando los términos se han empleado indistintamente, la selectividad suele ser el término más apropiado para definir el grado en que un procedimiento puede determinar con exactitud un analito en presencia de dos o tres componentes en una matriz dada. La selectividad se evalúa de forma práctica estudiando las interferencias de mayor potencialidad a partir del conocimiento de la composición promedio de la matriz de las muestras a analizar, las referencias al respecto y la propia experiencia del analista. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

La selectividad de un método se investiga usualmente estudiando su habilidad de medir el analito de interés en una muestra a la que se han añadido posibles interferentes deliberadamente. Cuando no es posible definir claramente qué interferentes están presentes, la selectividad del método puede ser investigada comparando los resultados del método que se evalúa con los obtenidos por otro método o técnica independiente.

También debe considerarse otro tipo de selectividad cuando un analito puede existir en la muestra en más de una forma: inorgánico u organometálico, con diferentes grados de oxidación, etc., lo que comúnmente se conoce como “especiación” del analito en cuestión.

Salvo una situación imprevista, los estudios de selectividad para una matriz específica se realizan en la fase de desarrollo del procedimiento. Ejemplos de pérdida de selectividad pueden darse en HPLC o CI con la presencia de picos “impuros” con señales de más de un compuesto, sin que puedan ser discriminados por el sistema de detección. Para mencionar otro ejemplo, también deben estudiarse las interferencias espectrales que pueden ocurrir en ICP para un ancho de banda dado siempre que las relaciones de concentración interferente/analito sean lo suficientemente significativas, de otro modo no es posible garantizar la selectividad del método. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

Esta es una característica muy importante, que es necesario evaluar aun cuando se trabaje con un método recomendado y de amplia difusión, ya que puede haber ligeras diferencias en las matrices a utilizar que provoquen interferencias y lleven a resultados poco confiables.

1.7.3.2 Robustez

La robustez de un procedimiento analítico es una medida de su capacidad de permanecer inalterado ante pequeñas pero deliberadas variaciones en los parámetros del método (cambios en una o más de las condiciones de trabajo); se dice que un método es robusto cuando se puede demostrar su invariabilidad durante el uso normal. Cuando se estudia esta característica de un método analítico, pueden ser determinadas las variables con efectos más significantes sobre el método y además definir las formas de controlarlas durante su uso. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

La robustez suele ser estudiada por los Laboratorios que elaboran un método antes de entrar en estudios con otros Laboratorios, y es necesario evaluarla cuando no se ha considerado validar un método recomendado.

1.7.3.3 Linealidad

Se define como la relación lineal entre la señal y la concentración del analito. Para los métodos cuantitativos es necesario conocer el rango de concentraciones del analito o valores de la propiedad en que se basa el método sobre el cual el método puede ser aplicado. Generalmente se habla del rango en la solución de trabajo más que en la muestra original, aunque muchas veces resulta cómodo también referirlo a la muestra de origen para poder saber si en verdad se han cumplido los objetivos deseados. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

Dentro del ámbito de trabajo generalmente existe un rango de respuesta lineal, dentro del cual habrá una relación lineal entre la señal y la concentración del analito o el valor de la propiedad que se mida. Los cálculos de la regresión (como los coeficientes de correlación R^2) suelen ser insuficientes para demostrar la linealidad del gráfico de calibración, y en general de cualquier tipo de ajuste. Para ello es preferible un análisis visual o el análisis de los residuos. En general para comprobar la linealidad se requiere de al menos 10 puntos.

La evaluación del rango de trabajo y el rango lineal son también importantes a la hora de planificar el grado de calibración requerido para los métodos de rutina. Es aconsejable también investigar la varianza a través del rango de trabajo. Dentro del ámbito lineal, un punto de calibración puede ser suficiente para establecer la pendiente del gráfico de calibración. Para establecer el rango de trabajo se requiere en cambio de varios puntos, preferiblemente 6 o más. La relación entre la respuesta del instrumento y la concentración no tiene que ser necesariamente lineal para que el método sea efectivo, pero la curva debe ser repetible de un día a otro. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

El equipamiento moderno permite tener una visualización rápida del proceso de calibración, lo que facilita la determinación del rango de trabajo y el rango lineal.

1.7.3.4 Límite de detección (LD)

La posibilidad de detectar un cierto parámetro en una muestra depende del método recomendado, la calibración del método y del equipo verificado. Cuando las mediciones se realizan a niveles bajos del analito o propiedad que se mida, en el análisis de trazas, es importante conocer cuál es el límite inferior del analito o propiedad que puede ser detectado con certeza por el método. Aunque se trata de un término muy polémico y existen diversas denominaciones para el mismo: ISO “mínima concentración neta detectable”, IUPAC “mínimo detectable valor verdadero”, para los fines de la validación es suficiente una indicación del nivel a partir del cual la detección se vuelve problemática, para ello el valor del “blanco + 3,3 s” es una medida apropiada. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

Para calcularlo se toman no menos de 10 réplicas (a) del blanco o (b) del blanco fortificado con los elementos a determinar en su menor concentración aceptable y se evalúa la desviación estándar del blanco o del blanco fortificado expresándose el LD como el valor de la señal del blanco + 3.3 sB o como $0 + 3.3 \text{ sBF}$.

Entonces:

Cuando el método detecta la señal del blanco, el LD se calcula como el valor de la señal del blanco más su desviación estándar multiplicada por el factor 3.3.

$$LD = B + 3.3 sB$$

Cuando no hay señal, se utiliza un blanco fortificado (en baja concentración). El LD se calcula como tres veces la desviación estándar del blanco fortificado.

$$LD = 0 + 3.3sBF$$

1.7.3.5 Límite de cuantificación (LQ)

El límite de cuantificación es estrictamente la menor concentración de analito que puede ser determinada con un aceptable nivel de repetibilidad y exactitud. Se obtiene al multiplicar por tres el límite de detección, en casos especiales por cinco. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

Otras convenciones lo definen como la concentración de analito correspondiente a un valor del blanco + 5, 6 o 10 desviaciones estándar de la media del blanco. Se denomina a veces también límite de determinación.

El LQ no debe ser usado para la toma de decisión. Ni el LD ni el LQ representan niveles en los cuales la cuantificación es imposible. Su significado práctico está asociado a que, simplemente, en la región del LD la magnitud de la incertidumbre asociada es comparable al resultado real.

1.7.3.6 Sensibilidad

Es la propiedad del método que demuestra la variación de respuesta en función de la concentración del analito. Puede ser expresada por la pendiente de la recta de regresión de calibración. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

1.7.3.7 Precisión

La precisión es la medida de cuán cerca o dispersos están los resultados unos de otros, y se expresa normalmente como la desviación estándar o desviación estándar relativa, ya que se

acepta la varianza como el mejor indicador de la dispersión: a menor varianza, mayor precisión. Las medidas más comunes de la precisión son repetibilidad y reproducibilidad.

Repetibilidad (de resultados de mediciones): grado de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurando bajo las mismas condiciones de medición; es la medida de la variabilidad de los resultados cuando el método es aplicado por un solo analista, con un mismo equipo, en un corto periodo de tiempo, etc. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (1ra Ed., 2009)

1.7.3.8 Reproducibilidad

Grado de concordancia entre los resultados de mediciones del mismo mensurando efectuadas bajo condiciones de medición modificadas. Es el caso al realizar diversas réplicas en diversos días cambiando instrumento, analista e incluso el laboratorio.

Cuando se calcula la precisión en condiciones de repetibilidad, se obtienen valores distintos que al calcular la precisión en condiciones de reproducibilidad. Las condiciones de repetibilidad dan lugar a los mínimos valores de precisión y las condiciones de reproducibilidad dan lugar a los máximos valores de precisión. Entre estas dos podemos encontrar condiciones intermedias (por ejemplo, diversas réplicas en diversos días cambiando instrumento y analista pero dentro de un mismo laboratorio); estas condiciones suelen considerarse tradicionalmente como reproducibilidad, aunque lo más correcto en esos casos es hablar de la “precisión intermedia”. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

Para estimar la precisión se pueden considerarse distintas opciones:

- Utilizar replicados de una misma muestra; se recomienda un número de alrededor de 20 para calcular la desviación estándar.
- Cuando se usa en el tiempo una muestra de control, se recomienda obtener como mínimo 30 datos para determinar su promedio y la desviación estándar.
- A través de un diseño experimental realizado a tal efecto, como se desarrollará más adelante en un ejemplo específico para el cálculo de incertidumbre.

- Tanto la repetibilidad como la reproducibilidad suelen depender de la concentración del analito y cuando esto ocurre, esta dependencia debe ser determinada si es significativa. La desviación estándar relativa es más útil en estos casos ya que en su cálculo está incluida la concentración.

1.7.3.9 Veracidad (Sesgo)

La veracidad del método es una expresión de cuán cerca está la media de un conjunto de resultados (producidos por el método) del valor verdadero. La veracidad se expresa normalmente en términos del sesgo. El cálculo del sesgo puede hacerse de diferentes maneras (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009):

- Utilizando materiales de referencia certificados
- Validando por comparación con otro método ya validado
- Participando en estudios colaborativos

En el caso de no disponer de las alternativas anteriores, se recomienda usar para comparación las muestras utilizadas en pruebas de desempeño, de las cuales se disponga de los resultados del ejercicio inter laboratorio.

En la práctica para establecer la veracidad se efectúa la comparación de la media de los resultados del método con valores conocidos, o sea ésta se establece contra un valor de referencia.

Hay dos formas para hacerlo: comparando con Materiales de Referencia Certificados (MRC) o con los resultados obtenidos por un método estándar. Los Materiales de Referencia Certificados y los valores de referencia obtenidos por métodos estándar deben ser absolutos (trazables al SI). (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

Un material de referencia certificado es una matriz natural certificada lo más similar posible a las muestras de interés.

Como la disponibilidad de tales materiales es limitada se pueden obtener Materiales de Referencia para la validación:

- Adicionando a un material típico materiales de referencia certificados puros u otros materiales de pureza y estabilidad adecuadas.
- Reteniendo materiales caracterizados y chequeados “in house” para garantizar su estabilidad durante el Control de Calidad.

Para fines regulatorios deben ser utilizados Materiales de Referencia Certificados reconocidos internacionalmente, mientras que para trabajos de menor alcance o no críticos suele ser suficiente el uso de estándares preparados en el Laboratorio o por adición.

Para verificar contra un método alternativo, se comparan los resultados de ambos métodos en las mismas muestras. Las muestras deben ser preferentemente MRC, estándares “in house”, o muestras típicas. Es mejor el empleo de los MRC por su probada estabilidad y homogeneidad y pueden mostrar la presencia de sesgo respecto al SI, pero estos son caros y a veces no se encuentran con las características exactas de las muestras. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

1.7.3.10 Incertidumbre

La Incertidumbre es “un parámetro asociado con el resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que razonablemente podrían ser atribuidos al mensurando”. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009)

Es necesario aclarar que la incertidumbre es un sólo parámetro (usualmente la desviación estándar o el intervalo de confianza) que expresa el rango de valores posibles en base al resultado de las mediciones. La estimación de la incertidumbre toma en cuenta todos los efectos que actúan sobre el resultado; las incertidumbres asociadas con cada efecto deben ser combinadas de acuerdo a procedimientos bien establecidos, como se verá más adelante.

La estimación de la incertidumbre debe tomar en cuenta:

- variaciones en el tiempo,
- el sesgo y su incertidumbre,
- la incertidumbre de la calibración,
- cualquier otro efecto significativo.

1.7.3.11 Exactitud (veracidad + precisión)

La exactitud (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009) expresa la proximidad de un resultado al valor verdadero. La validación busca cuantificar la exactitud de los resultados teniendo en cuenta tanto los efectos sistemáticos como los aleatorios que puedan afectarlos. La exactitud tiene en cuenta dos componentes: “veracidad y precisión”. Existe además otra expresión de la exactitud que es “la incertidumbre de las mediciones”. Es más simple no utilizar el término exactitud, ya que puede confundirse con otras definiciones, es mejor en su lugar hablar de sus componentes: veracidad y precisión, asociados al error total, el máximo sesgo que puede tener un dato.

Exactitud = Incertidumbre = Veracidad + Precisión.

CAPÍTULO II: CONTEXTO REGIONAL, NACIONAL Y LOCAL DE LOS LABORATORIOS DE ANÁLISIS QUÍMICOS DE AGUAS



2.1 Laboratorios de análisis químico de aguas a nivel nacional.

Los laboratorios análisis de parámetros fisicoquímicos y biológicos de aguas con los que se cuenta en El Salvador, de acuerdo a su procedencia, se pueden clasificar en dos tipos: públicos o privados. Se tendrá en cuenta para la presente investigación alguna de los aspectos técnicos de laboratorios de origen público que es importante como antecedentes para el desarrollo de las actividades, procedimientos y metodologías que se pretenden elaborar y aplicar en el laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos. En la tabla 2-1, se enlistan algunos laboratorios con los parámetros fisicoquímicos básicos que se llevan a cabo en sus instalaciones, de los cuales se hará referencia en el transcurso de la investigación.

Tabla 2-1: Laboratorios de análisis químico de aguas a nivel nacional

Laboratorio	Parámetros básicos que analizan
1. Laboratorio de Calidad de Agua de la Dirección General del Observatorio Ambiental del Ministerio del Medio Ambiente y Recursos Naturales.	DQO (mg/l) DBO ₅ (mg/l) Sólidos Sedimentables (mg/l) Sólidos Suspendidos Totales (mg/l) Aceites y Grasas (mg/l) Boro Cinc Cobre Compuestos Fenólicos Sintéticos Detergentes (SAAM) Fósforo Total Nitrógeno Total pH Sulfatos Temperatura Turbidez Alcalinidad Calcio Cloruros Color Aparente Color Verdadero Conductividad DBO Última Dióxido de Carbono Dureza Flúor Fósforo de Ortofosfatos Magnesio Nitratos Nitritos Nitrógeno Amoniacal

Continuación Tabla 2 1: Laboratorios de análisis químico de aguas a nivel nacional

Laboratorio	Parámetros básicos que analizan
1. Laboratorio de Calidad de Agua de la Dirección General del Observatorio Ambiental del Ministerio del Medio Ambiente y Recursos Naturales.	Olor Oxígeno Disuelto Potasio Sílice Sólidos Disueltos Totales, fijos y volátiles Sulfhídrico (ácido) Sulfuros
2. Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos y Aguas (Laboratorio Especial de Bromatología) del MINSAL	Aluminio Arsénico Cadmio Cinc Cobre Coliformes Fecales Coliformes Total Cromo Hexavalente Fluoruros Hierro Total Manganeso Total Mercurio Níquel pH Plomo Selenio Sulfatos Temperatura Turbidez Alcalinidad Bacterias Heterotróficas Calcio Carbonatos Cloro Residual Cloruros Color Verdadero Conductividad Dureza Magnesio Nitratos Olor Potasio Sílice Sodio
3. Laboratorio de Control de Calidad de Plaguicidas (MAG - OIRSA)	Ácido 2,4-d Cipermetrina Cloruro de Alquidimetilbencil Amonio Deltametrina Fipronil Foxim Hipoclorito de sodio Ion Paraquat Metil Paration Propoxur Terbufos

Continuación Tabla 2 1: Laboratorios de análisis químico de aguas a nivel nacional

Laboratorio	Parámetros básicos que analizan
3. Laboratorio de Control de Calidad de Plaguicidas (MAG – OIRSA)	Thiodicarb Yodo
4. Laboratorio de control de calidad y control de contaminantes en el agua ANDA	DQO (mg/l) DBO ₅ (mg/l) Sólidos Sedimentables (mg/l) Sólidos Suspendidos Totales (mg/l) Cinc Cobre Coliformes Fecales Coliformes Total Color Hierro Total Manganeso Total pH Sulfatos Turbidez Dureza Magnesio Calcio Sólidos totales disueltos Oxígeno disuelto Conductividad Cloruros Demanda de cloro Alcalinidad Escherichia Coli
5. Laboratorio Geoquímico de LaGeo S.A. de C.V.	Alcalinidad para aguas superficiales, geotérmicas y potable Arsénico en aguas geotérmica y superficial Arsénico en aguas geotérmica, superficial, residual y potable Boro en agua geotérmica Boro en aguas geotérmica, superficial, residual y potable Conductividad eléctrica en agua geotérmica, superficial y potable Cloruro en agua geotérmica, superficial y potable pH en agua geotérmica, superficial y potable Mercurio en aguas geotérmica, superficial, residual y potable Aniones (cloruro, fluoruro, bromuro, nitrato, nitrito, fosfato y sulfato) en agua superficial, envasada y potasio Gases de vapor geotérmico Dióxido de carbono en vapor geotérmico Plomo en aguas geotérmica, superficial, envasada y potable Aluminio en aguas geotérmica, superficial, envasada y potable Sílice en agua superficial y geotérmica Sílice monomérica en agua geotérmica Sílice en vapor geotérmico Potasio en agua geotérmica Magnesio en agua geotérmica Litio en agua geotérmica Calcio en agua geotérmica y superficial Sulfatos en agua geotérmica
6. Laboratorio Físicoquímico de Aguas, Facultad de Química y Farmacia (UES – San Salvador)	DQO (mg/l) DBO ₅ (mg/l) Sólidos Sedimentables (mg/l) Sólidos Suspendidos Totales (mg/l)

Continuación Tabla 2 1: Laboratorios de análisis químico de aguas a nivel nacional

Laboratorio	Parámetros básicos que analizan
6. Laboratorio Físicoquímico de Aguas, Facultad de Química y Farmacia (UES – San Salvador)	Aceites y Grasas (mg/l) Arsénico Boro Cadmio Cianuro Total Cinc Cobre Coliformes Fecales Coliformes Total Cromo Hexavalente Fluoruros Fósforo Total Hierro Total Manganeso Total Níquel Nitrógeno Total pH Plomo Sulfatos Temperatura Turbidez Alcalinidad Amonio Calcio Cloro Residual Cloruros Conductividad Dureza Fosfatos Magnesio Nitratos Nitritos Nitrógeno Amoniacal Potasio Sílice Sólidos Disueltos
7. Instituto del Agua de la Facultad Multidisciplinaria de Occidente (UES – Santa Ana). Encargada: Ing. Vilma de Caballero	DQO (mg/l) DBO ₅ (mg/l) Coliformes Fecales. Aluminio.
8. Laboratorio de Análisis de Aguas (UES – San Miguel)	Cinc. Cobre Coliformes Fecales Coliformes Total Color Hierro Total Manganeso Total pH Plomo Selenio Dureza Fosfatos

Laboratorio	Parámetros básicos que analizan
8. Laboratorio de Análisis de Aguas (UES – San Miguel)	Bromo Olor Conductividad Oxígeno Disuelto Nitratos Cloro Alcalinidad Cloruros Sólidos Totales Disueltos Calcio Magnesio Potasio Escherichia Coli

Nota. Fuente: Elaboración propia con datos provenientes de MARN, 2002

2.2 Laboratorios de análisis químico de aguas en la Universidad de El Salvador.

En la Universidad de El Salvador se encuentran diferentes laboratorios académicos y prestadores de servicios. Entre los prestadores de servicios se tienen los siguientes:

2.2.1 CENSALUD

El Centro de Investigación y Desarrollo en Salud (CENSALUD) de la Universidad de El Salvador cuenta con los laboratorios de: Microbiología de Alimentos, Agua y Medicamentos, Experimentación Animal, Patología, Microscopía Electrónica (CENSALUD, 2014)

a) Laboratorio de Microbiología de Alimentos, Agua y Medicamentos

El Laboratorio de Microbiología de Alimentos, Aguas y Medicamentos del Centro de Investigación en Salud (CENSALUD) es una unidad que tiene por objetivo contribuir al desarrollo de la investigación científica en el área de la microbiología de alimentos, aguas y medicamentos, verificando la calidad de estos productos, a través de la realización de ensayos de control de calidad para evaluar su cumplimiento con las especificaciones establecidas para cada uno de ellos. Además promueve la investigación, desarrollo y evaluación de productos funcionales y nutraceuticos que puedan proveer beneficios para la salud de la población salvadoreña. (CENSALUD, 2014)

- Áreas de trabajo
 - Área de preparación de Medios de Cultivo
 - Laboratorio de Análisis de Agua
 - Laboratorio de Análisis de Medicamentos y Cosméticos
 - Laboratorio de Alimentos
 - Laboratorio de Fermentaciones y Productos Nutracéuticos

2.2.2 Centro de Investigaciones y Aplicaciones Nucleares (CIAN)

El CIAN es una unidad de investigación, desarrollo y servicio en los campos de seguridad y protección radiológica, control de calidad, pruebas y ensayos analíticos. (CIAN, 2014)

Fue creado en 1986 mediante convenio entre el Gobierno de la Republica de El Salvador y el Organismo Internacional de Energía atómica (OIEA), con la finalidad de ejecutar acciones de transferencia tecnológica sobre los usos pacíficos del átomo en sus diferentes campos: Industria, agricultura, salud y medio ambiente. (CIAN, 2014)

- a) Servicios
 - Dosimetría TLD personal
 - Control de calidad a equipos de rayos X
 - Sistemas de protección contra las radiaciones ionizantes

- b) Técnicas analíticas
 - La espectrometría de fluorescencia de rayos X
 - Difractometría de rayos x
 - Centelleo líquido
 - Absorción atómica

2.2.3 Laboratorio fisicoquímico de aguas, Facultad de Química y Farmacia, Universidad de El Salvador

La Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador cuenta con laboratorios con un equipo completo para desarrollar diferentes tipos de análisis. La infraestructura instalada es la siguiente (Secretaría General - Universidad de El Salvador, 2014):

a) Laboratorios de áreas básicas para:

- Química General.
- Física.
- Química Orgánica.
- Química Inorgánica.
- Química Analítica
- Biología

b) Laboratorios de áreas diferenciadas:

- Bioquímica
- Química Física
- Zoología
- Anatomía
- Microbiología y Parasitología
- Botánica General y Farmacéutica
- Farmacoquímica
- Fisiología
- Farmacognosia
- Análisis Instrumental
- Análisis Bromatológico
- Farmacotécnica
- Farmacología
- Química Legal y Análisis Toxicológico

- Contaminación Ambiental
- Control de Calidad de Productos Farmacéuticos (Humanos y Veterinarios)
- Tecnología Farmacéutica

c) Laboratorios Especializados:

- Laboratorio de análisis fisicoquímico de aguas
- Laboratorio de análisis microbiológico
- Laboratorio de química analítica ambiental y ocupacional
- Laboratorio de investigación en productos naturales.

Algunos de los equipos existentes de Química y Farmacia que son utilizados en análisis fisicoquímico de aguas:

- Espectrofotómetro IR
- Espectrofotómetro UV-VIS
- Fotometría de llama
- Cromatografía líquida
- pHmetro
- Conductímetro
- Polarímetro
- Refractómetro

La facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador cuenta con ensayos acreditados por el Organismo Salvadoreño de Acreditación para agua potable, los cuales se muestran en la tabla 2.2.

Tabla 2-2: Ensayos acreditados por la OSA para agua potable de la Facultad de Química y Farmacia

Ensayo	Método de análisis	Rango
Determinación de pH	4500-H+B Método Electrométrico.	4.0–10.0 Unidades de pH
Determinación de Conductividad	2510 B Método de Laboratorio	352.2 μ ohm/cm a 1410 μ ohm/cm
Determinación de Hierro	Método Fotométrico para análisis de Hierro (No. 14761 Triazina)	0.05 - 4.00 mg/L
Determinación de Manganeseo	Método Fotométrico para análisis de Manganeseo (No. 14770 Formaldoxina)	0.01-10.0 mg/L

Nota. Fuente: Elaboración propia con datos provenientes de la OSA, 2012.

Al referirnos al análisis que realizan de aguas en los laboratorios de la Facultad de Química y Farmacia se pretende que la Planta Piloto de Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos sea similar en sentido de uso didáctico e investigativo.

2.2.4 Departamento suelos y recursos naturales (Facultad de Agronomía)

Los Laboratorios del Departamento realizan labores de servicios a clientes externos (agricultores, empresas, Universidades, Centros de Investigación, organismos estatales y/o gubernamentales, organismos no gubernamentales) en materia de análisis químicos, físicos y microbiológicos, según corresponda, de muestras de suelos, vegetales, agua y gases. (Secretaría General - Universidad de El Salvador, 2014)

El Departamento de Recursos Naturales y Medio Ambiente cuenta con un laboratorio equipado para el área de suelo y agua; laboratorio de hidráulica y equipo especializado en diferentes áreas de la Ingeniería Agrícola, los recursos naturales y el medio ambiente.

Equipo de laboratorio de la Facultad de Agronomía:

- Mufla
- Destilador y digestor para proteína
- Digestor de fibra cruda
- Soxhlet para grasa
- Espectrofotometría-colorímetro
- Espectrofotometría de llama (Ca, Na, K)
- Espectrofotometría de Absorción Atómica.

CAPITULO III: METODOLOGIA DE MUESTREO Y CADENA DE CUSTODIA DE LAS MUESTRAS.



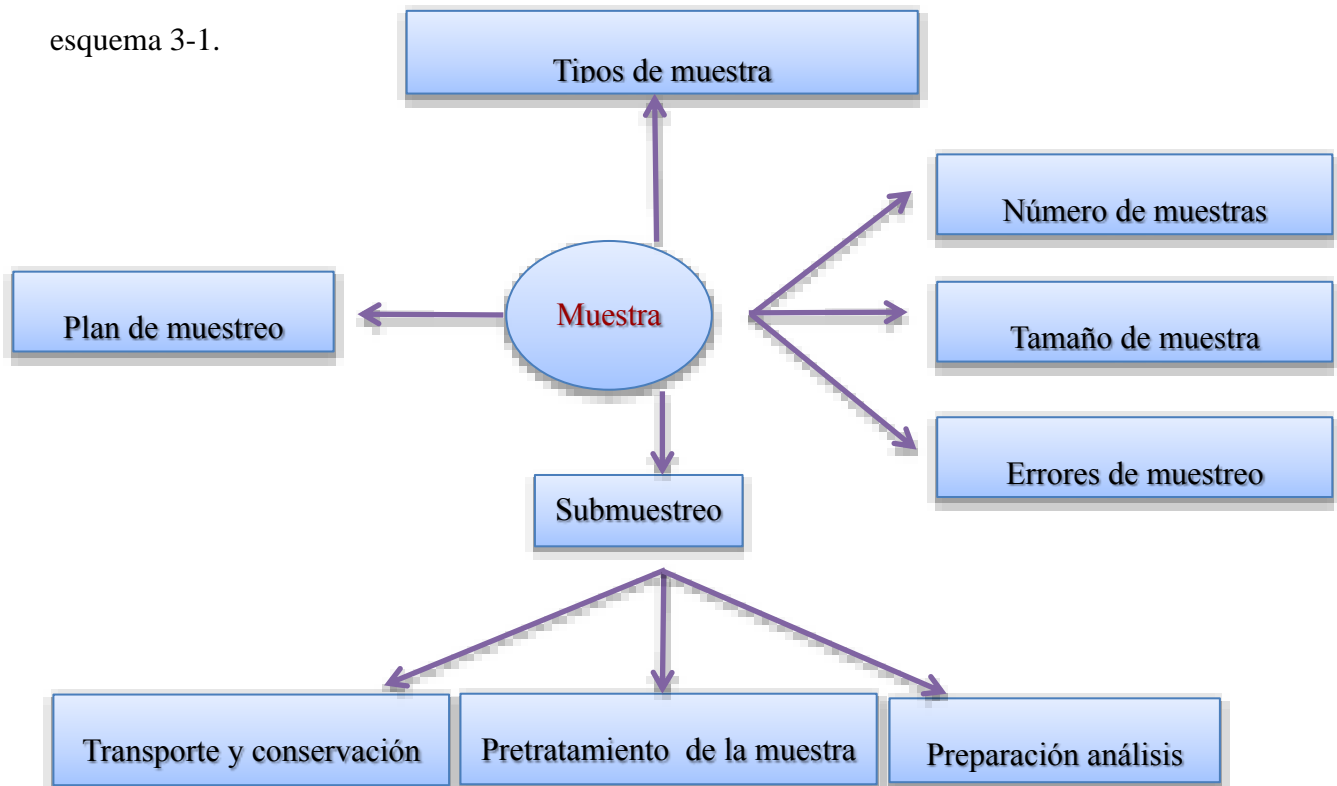
3.1 Proceso de selección de las muestras de agua a analizar

La evaluación de las aguas se realiza mediante una serie de análisis de laboratorio dirigidos a conocer cualitativa y cuantitativamente las características fisicoquímicas más importantes que pueden afectar su uso real y potencial, como también el tipo y grado de tratamiento requerido para un acondicionamiento adecuado.

Los procedimientos de captación de las muestras varían según los análisis que se van a efectuar y de las condiciones del cuerpo de agua; independientemente de los fines para los cuales han sido tomadas esas muestras, ellas deben ser representativas del cuerpo de agua en estudio.

3.1.1 Operaciones más importantes en el muestreo y tratamiento de la muestra

Las operaciones generales que se realizan para el muestreo de aguas se presentan en el esquema 3-1.



Esquema 3-1: Operaciones más importante en el muestreo y tratamiento de la muestra

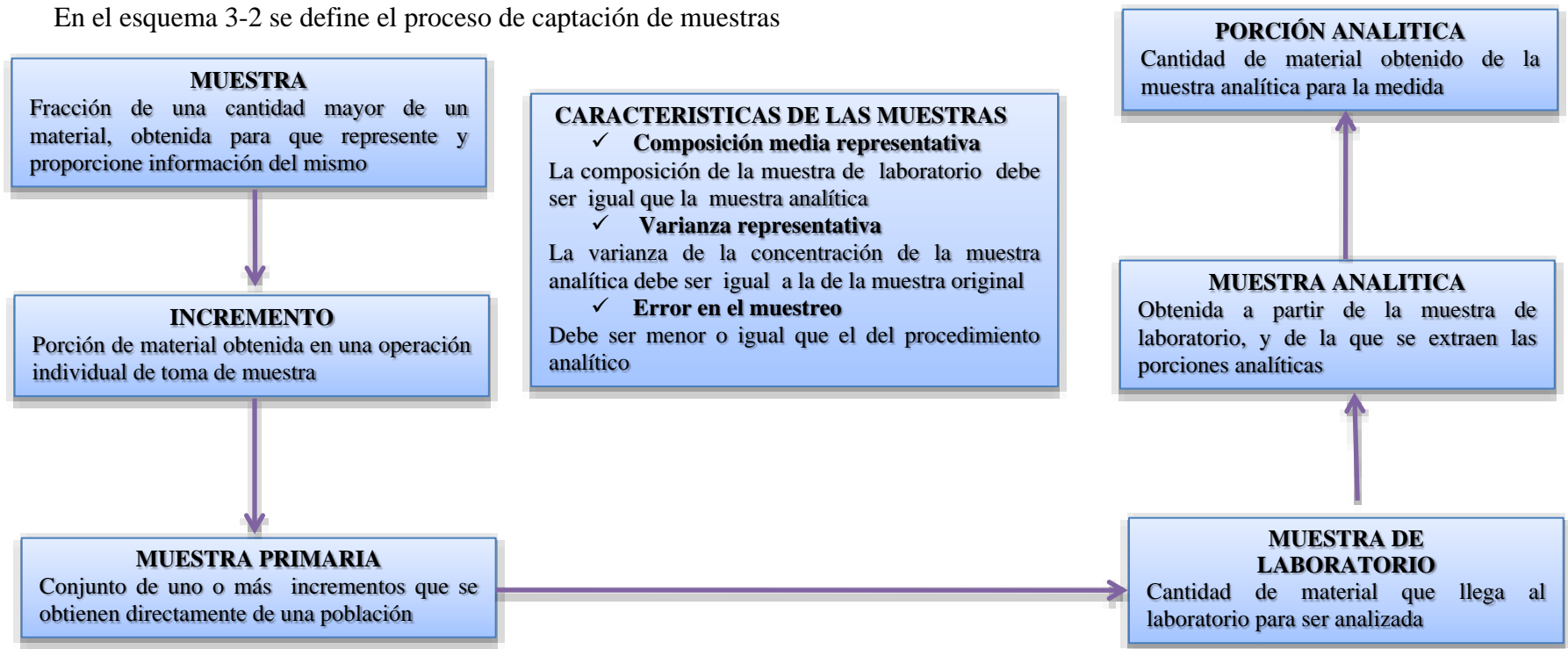
Nota. Fuente: CONSOLIDER Tratamiento y Reutilización de Aguas Residuales para una Gestión Sostenible (TRAGUA). (Ed.) (2012). Protocolo de técnicas de muestreo y técnicas analíticas de contaminantes emergentes y prioritarios. Recuperado el 20 de agosto de 2014 de: <http://www.consolider-tragua.com/1280.htm>

3.1.2 Requisitos el muestreo básico

Una muestra representativa en la que sus características correspondan a la existencia de una gran masa total. Sin embargo para lograr tal condición, deben tomarse en cuenta varios factores de los sitios muestreados, frecuencia de muestreo, tamaño de las muestras individuales y las técnicas de captación.

3.1.2.1 Proceso de obtención de muestras.

En el esquema 3-2 se define el proceso de captación de muestras



Esquema 3-2: Proceso de Obtención de muestras

Nota. Fuente: CONSOLIDER Tratamiento y Reutilización de Aguas Residuales para una Gestión Sostenible (TRAGUA). (Ed.) (2012). Protocolo de técnicas de muestreo y técnicas analíticas de contaminantes emergentes y prioritarios. Recuperado el 20 de agosto de 2014 de: <http://www.consolider-tragua.com/1280.htm>

3.2 Muestreo de agua potable

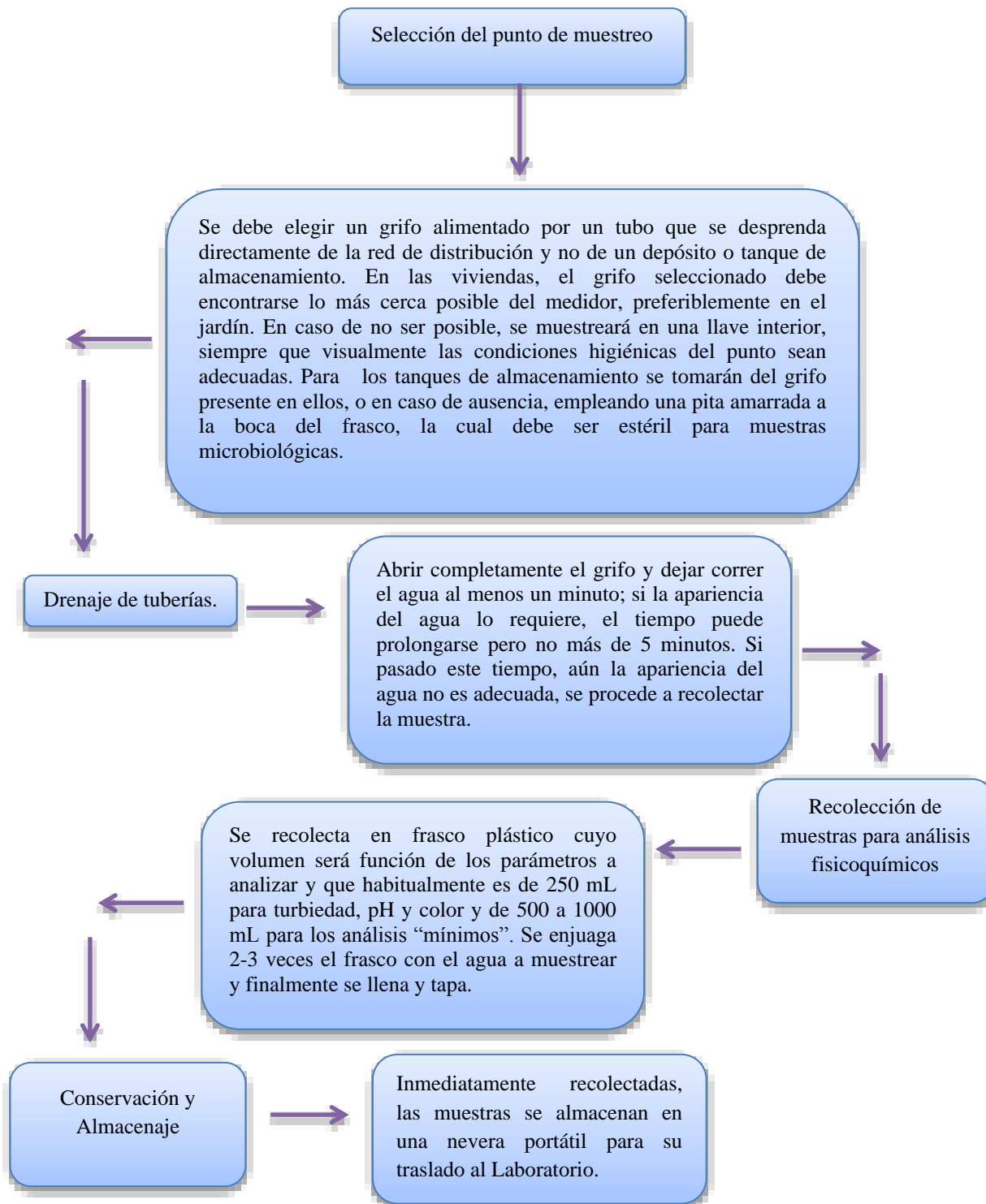
Se describen los procedimientos de recolección de muestras de agua potable para la realización de análisis físico-químicos, el alcance es todos los muestreos de agua potable, lo cual incluye entre otros (CONSOLIDER TRAGUA, (Ed.), 2012):

- Plantas de tratamiento, redes de distribución y tanques de almacenamiento
- Dispensadores y bebederos de agua potable
- Tanques de almacenamiento de edificios y empresas

3.2.1 Etapas a seguir en muestreo de agua potable

Identificación de las muestras y registro de las condiciones de muestreo: los frascos son rotulados identificando el sitio de recolección de la muestra, se añade toda otra información necesaria como fecha y hora de recolección, olor, concentración de cloro residual y cualquier observación que contribuya a esclarecer las condiciones de la muestra.

En el esquema 3-3 se presentan las etapas de muestreo a seguir para las muestras de agua potable, se describe la selección del punto de muestreo en la red de distribución y en tanque de almacenamiento; el tiempo de drenaje en las tuberías para proceder a la recolección; el volumen y frascos de recolección de muestras según el tipo de análisis a realizarse; y conservación y almacenaje para el traslado de las muestras hacia el laboratorio.



Esquema 3-3: Etapas de muestreo en agua potable

Nota. Fuente: CONSOLIDER Tratamiento y Reutilización de Aguas Residuales para una Gestión Sostenible (TRAGUA). (Ed.) (2012). Protocolo de técnicas de muestreo y técnicas analíticas de contaminantes emergentes y prioritarios. Recuperado el 20 de agosto de 2014 de: <http://www.consolider-tragua.com/1280.htm>

3.3 Muestreo de aguas residuales y naturales

Describir los procedimientos de muestreo de aguas naturales y residuales para la realización de análisis físico-químicos, el alcance son todos los muestreos de aguas naturales y residuales (por tanto, se excluyen los de agua potable), lo cual incluye entre otros (CONSOLIDER TRAGUA, (Ed.), 2012):

a) Aguas residuales:

- Plantas de tratamiento de aguas residuales industriales y/o domésticas
- Puntos de descarga internos o externos de industrias
- Redes de alcantarillado

b) Aguas naturales

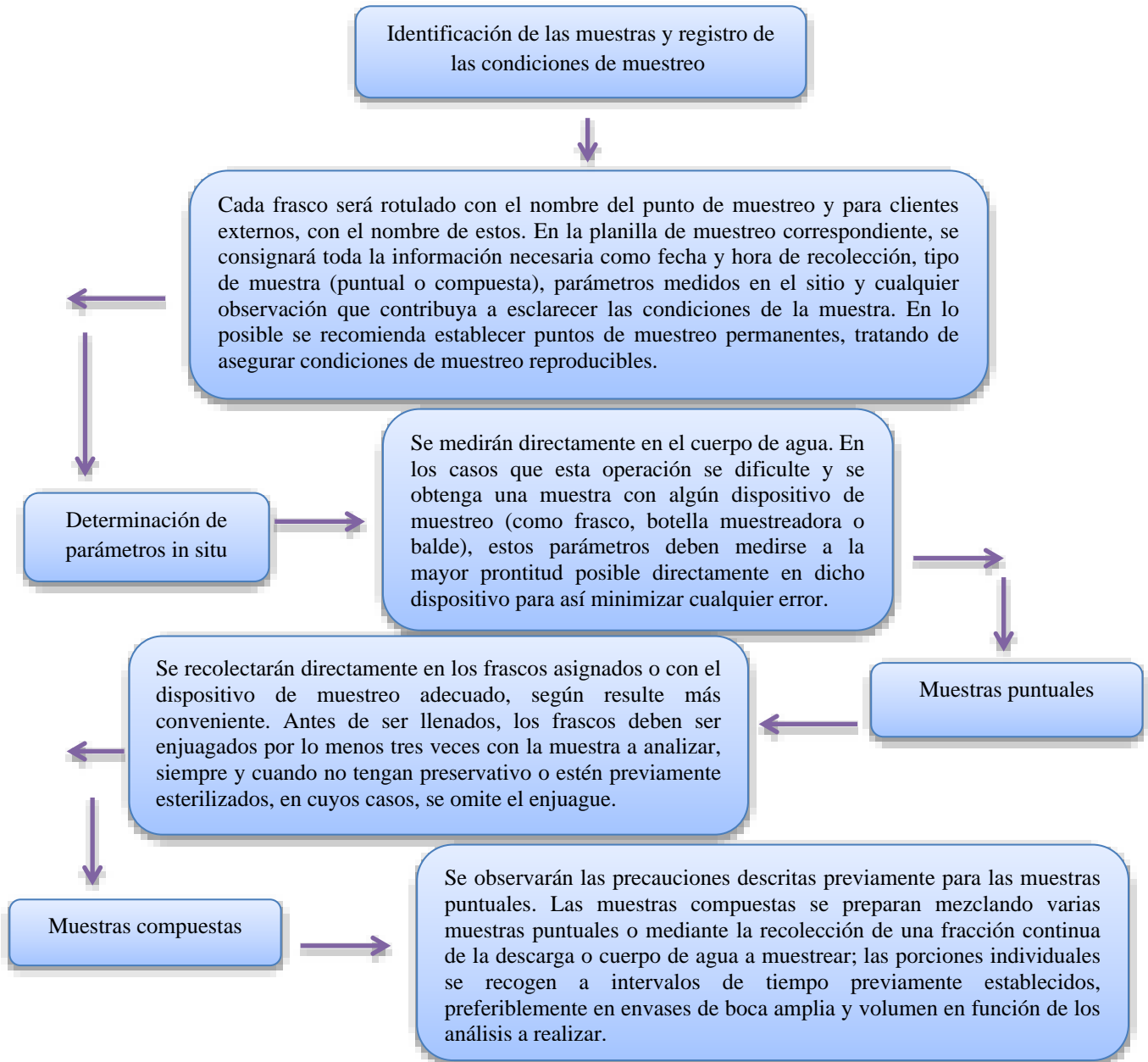
- Marinas, tanto en playas como estuarios, bahías o mar abierto
- Interiores: ríos, lagunas, caños, ciénagas y pozos.

3.3.1 Etapas a seguir en muestreo de guas naturales y residuales

3.3.1.1 Definición del plan de muestreo

Este aspecto es primordial, pues posibilitará la obtención de muestras representativas del fenómeno que se desee estudiar, por lo que es conveniente realizarlo conjuntamente con el cliente. Cuando se trate de un sitio de muestreo nuevo, se recopilará toda la información posible antes de realizar el trabajo, lo cual puede incluir visita previa y/o reunión con la persona que lo ha solicitado. Siempre que sea factible y que la complejidad esperada lo amerite, debe disponerse de un croquis, mapa o dibujo del sitio. En caso contrario, una vez en el sitio se procederá de forma operativa a fin de ejecutar el muestreo en la forma más adecuada. (CONSOLIDER TRAGUA, (Ed.), 2012): El tipo (puntual o compuesta) y número de muestras a recolectar y los parámetros a determinar en cada una de ellas, determinarán los frascos (número y características) y equipos de medición y muestreo necesarios. Para aquellos parámetros que requieren

preservante, estos se añadirán previamente a los frascos de recolección. Cuando el muestreo implique también la obtención de muestras de agua potable, éstas deben recolectarse inicialmente y conservarse en neveras diferentes. En el esquema 3-4 se presentan las etapas de muestreo para aguas naturales y residuales.



Esquema 3-4: Etapas de muestreo en agua residual y natural.

Nota. Fuente: CONSOLIDER Tratamiento y Reutilización de Aguas Residuales para una Gestión Sostenible (TRAGUA). (Ed.) (2012). Protocolo de técnicas de muestreo y técnicas analíticas de contaminantes emergentes y prioritarios. Recuperado el 20 de agosto de 2014 de: <http://www.consolider-tragua.com/1280.htm>

Para los casos de corrientes o descargas, existen dos posibilidades para su recolección, en función de que se considere o no el flujo:

- Sin considerar el flujo: se mezclan alícuotas de iguales volúmenes, a medida que se van obteniendo o al colectarse la última muestra.
- En función del flujo: con los datos de su comportamiento durante el tiempo de muestreo, se calcula la proporcionalidad entre las alícuotas y con base a ésta y el volumen de muestra compuesta necesaria, se determinan los volúmenes de cada alícuota y se procede a su mezcla.

En todo caso, el recipiente para la muestra compuesta debe tener indicado los volúmenes a colectar para facilitar las adiciones de las alícuotas. Si se utilizan conservantes, estos se añadirán inicialmente al envase de la muestra de forma que todas las porciones de la mezcla queden protegidas lo antes posible. (CONSOLIDER TRAGUA, (Ed.), 2012):

3.3.1.2 Conservación y almacenaje

Inmediatamente recolectadas las muestras se almacenan según lo establecido para cada parámetro. Para las que requieran refrigeración, se emplearán neveras portátiles. Para muestras compuestas, mientras dure el tiempo de recolección, se seguirán las indicaciones para garantizar su integridad. La verificación del pH a las muestras que lo requieran, se realizará con papel indicador de pH y de ser necesario, se ajustará el mismo; una vez en el laboratorio, será nuevamente verificado por el analista al recibir las muestras.

Todos los equipos de medición a usar en el campo deben ser verificados previamente y consignados en el documento respectivo. Debe disponerse de las soluciones adecuadas que permitan la verificación in situ de los equipos, en especial al realizar mediciones en aguas residuales, las cuales pueden causar interferencias en el funcionamiento de los electrodos.

También se dispondrá de soluciones limpiadoras para las membranas de los equipos en caso de que éstas se ensucien. Se debe tener en cuenta todas las normas de seguridad industrial y los accesorios a utilizar, para eliminar y minimizar los riesgos que puedan ocasionar accidentes. (CONSOLIDER TRAGUA, (Ed.), 2012)

3.4 Protocolo de muestreo, transporte y conservación de muestras de agua con fines múltiples

Según CONSOLIDER TRAGUA, (Ed.) (2012) se recomienda la siguiente metodología de muestreo para la recolección en aguas con fines múltiples.

3.4.1 Material de campo

a) Indispensable:

- Envases para el muestreo (rotulados o bien envases y elementos para rotular - cinta o etiqueta autoadhesiva y fibra indeleble)
- Planillas de registro, cuaderno y lápiz o birome

b) Opcional:

De ser necesario (según objetivo y condiciones del muestreo):

- Conservadora con hielo o refrigerantes.
- Gotero o elementos para incorporar soluciones conservantes a las muestras que lo requieran.
- Dispositivo necesario para la toma de la muestra.
- Otros elementos requeridos en función del objetivo del muestreo (por ejemplo para análisis microbiológico)

c) De ser posible:

- GPS
- Medidor de pH portátil.

- Conductivímetro portátil.
- Termómetro.
- Agua destilada para la limpieza de los electrodos y sondas.

3.4.2 Envase

Según los análisis que vayan a realizarse se definirá el tipo de envase a utilizar. El mismo estará en función de la cantidad de muestra a tomar y de la necesidad de dejar (en análisis microbiológicos) o no (en la mayoría de los análisis) una cámara de aire, o un espacio para mezclas o para el agregado de algún reactivo que permita la conservación de la muestra.

En el caso de que las muestras deban ser transportadas, debe dejarse un espacio del 1% de la capacidad del envase para permitir la variación de volumen debida a diferencia térmica.

Para análisis físico-químico se utilizarán envases de plástico o vidrio, con buen cierre, nuevos. Si se va a reutilizar un envase, deben desestimarse envases que hayan contenido agua contaminada, combustibles, soluciones concentradas, etc., únicamente podrían reutilizarse envases de agua mineral o envases de gaseosa muy bien lavados, especialmente aquellos en base a Cola (por el ácido fosfórico).

En todos los casos debe asegurarse que el envase se encuentre limpio, pero debe prestarse especial atención a no lavarlo con detergentes, hipoclorito de sodio (lavandina) u otros reactivos: el envase sólo puede ser enjuagado con agua. De todas maneras, se trate de un envase nuevo o reutilizado, previo a la toma de la muestra, deberá enjuagarse por lo menos tres veces con el agua a muestrear.

La cantidad de muestra necesaria para un análisis físico-químico es de aproximadamente 1000 ml (1 litro) como mínimo. Si fuera necesario muestrear para algún análisis que requiriera del agregado de un reactivo específico para la conservación de la muestra, deberá preverse la toma en envases adicionales de menor capacidad.

Para el caso particular del análisis de arsénico se deberá consultar con el laboratorio con el cual se hará dicho análisis si es necesario acidificar, con que ácido realizar eso y que dosis aplicar.

Si se va a acidificar, antes hay que filtrar la muestra con el elemento que recomiende el laboratorio, por ejemplo, se puede filtrar con filtro de microfibras de vidrio (consultar). Para acidificar se usa normalmente 1 ml de HCl (ácido clorhídrico concentrado al 37%) o HNO₃ (ácido nítrico). Depende del método de análisis. Para horno de grafito se utiliza HNO₃ (ácido nítrico) en una cantidad tal que quede la muestra con una concentración de ácido del 0,2%.

Para análisis microbiológico se utilizarán frascos con capacidad de 250 a 300 ml, de plástico o vidrio, esterilizados, con tapa hermética y en lo posible de boca ancha. También pueden utilizarse bolsas especiales de polietileno estériles (fabricadas a tal fin), considerando que este tipo de envase es muy cómodo para la recolección y cerrado. También se debe tener presente al seleccionar los envases que este tipo de muestras debe mantenerse refrigerada (sí o sí) hasta su llegada al laboratorio y procesamiento.

Normalmente se suelen utilizar envases esterilizados que se pueden adquirir en farmacias a muy bajo costo con una capacidad menor a la recomendada (consultar con el laboratorio si es válido y alcanza para hacer los cultivos).

3.4.3 Procedimiento

3.4.3.1 Identificación del sitio de la toma de muestra

Debe hacerse de manera unívoca. Si se dispone de GPS posicionar satelitalmente la ubicación, de lo contrario especificar el lugar de la manera más concreta posible.

3.4.3.2 Información requerida

Al momento de muestreo es necesario recabar, como mínimo, la siguiente información:

- Identificación unívoca de la muestra (nombre, código, etc.)
- Identificación del sitio de muestreo (georreferenciación: latitud, longitud)
- Tipo de fuente y características de la misma (pozo calzado, perforación, canal, río, represa, aljibe, profundidad del nivel estático y total si fuera pozo o perforación, diámetro de la perforación o pozo, cercanía a pozos negros o industrias, existencia de pozos abandonados, etc.)
- Destino (consumo humano, animal, riego, etc.).
- Información acerca del Establecimiento y nombre del Propietario o Encargado (con datos de dirección, e-mail y/o TE) donde se ha muestreado e información adicional acerca de problemas que detecta el personal que puede atribuirse al agua, volumen diario que se extrae normalmente o algún dato indirecto que permita el cálculo (cantidad de personas, cantidad y tipo de animales que abrevan, superficie de riego).
- Condiciones de muestreo (fecha y hora).
- Nombre de quien realizó el muestreo.
- Tipo de análisis a efectuar (físico-químico y/o microbiológico).
- Reactivo empleado para su preservación, en caso de ser utilizado.
- Cualquier otra observación que se considere de importancia.

Y de ser posible:

- pH
- Conductividad Eléctrica
- Temperatura del agua al momento de la toma.

Toda esta información se registrará en una planilla prevista al efecto, la que deberá completarse en el momento del muestreo.

3.4.3.3 Rotulado de las muestras:

Es conveniente rotular los envases antes de iniciar el muestreo, ya que se cuenta con mejores condiciones de higiene. Es fundamental asegurarse que el rótulo sea seguro (que no se borre, se pierda o se destruya durante el traslado de la muestra), y que la identificación sea unívoca, para que no se confundan o se pierda la trazabilidad de las muestras, y lo más sencilla posible (recordar que toda la información requerida se volcará en la Planilla de Registro).

3.4.3.4 Toma de muestra para análisis físico-químico

3.4.3.4.1 Precauciones para la toma de la muestra en función de su origen.

Las muestras de agua pueden provenir de fuentes superficiales (ríos, arroyos, canales, represas, lagos, aljibes) o subterráneas (pozos calzados o de balde, perforaciones) y este aspecto definirá las condiciones de muestreo.

En función de la fuente que se vaya a muestrear, y para asegurar que la muestra sea lo más representativa posible del total, se tendrán en cuenta las siguientes consideraciones: cualquiera sea la fuente de agua, previo a la toma de la muestra, se enjuagará el envase por lo menos 2 a 3 veces con el agua a muestrear.

3.4.3.5 Acondicionado y transporte de la muestra

3.4.3.5.1 Para análisis físico-químicos

El acondicionamiento de las muestras dependerá del objetivo del muestreo.

En general, puede ser necesario acondicionarlas con conservadores de frío, ya que algunas especies químicas (nitratos, nitritos y en menor medida los sulfatos) pueden sufrir transformaciones por acción microbiana. También deben mantenerse al resguardo de la luz, procurando enviarlas lo más rápido posible al laboratorio.

Una buena opción, si no se dispone de conservadora con hielo, es tener las muestras en el interior de los vehículos con aire acondicionado hasta que se las lleva al Laboratorio o a algún medio de refrigeración adecuado (heladera). Si no se refrigera puede haber variación del pH por alteración de CO_3^{2-} y CO_3H^- . No es significativa si hay poca materia orgánica.

Es importante medir pH “in situ”. Recordar que un pH mayor o igual a 8.3 indica presencia de CO_3^{2-} , los demás no tienen problemas.

El Arsénico puede tener un proceso de metilación por acción bacteriana y tener un valor ligeramente menor en el resultado del análisis si se analiza con un método colorimétrico, pero no tiene este inconveniente si se analiza por horno de grafito. En todos los casos conviene acidificar la muestra con un pH muy bajo para evitar esos inconvenientes.

Si se transporta en un vehículo, con aire acondicionado no hay problemas si no pasa más de un día, salvo que sea una muestra muy cargada de bacterias y materia orgánica (pero esto nunca es conveniente que suceda en ningún caso).

CAPÍTULO IV: PROPUESTA DE PROTOCOLOS DE ANALISIS QUIMICOS DE AGUA.



4.1 Matriz de parámetros y métodos utilizados en el análisis fisicoquímico de agua

En el presente capítulo se presenta una matriz con las metodologías de análisis que se han propuesto para desarrollar un manual de prácticas analíticas e instrumentales para la obtención de parámetros de fisicoquímicos en distintos tipos de aguas con la adaptación a los recursos del laboratorio de geotermia y la Planta Piloto de la FIA-UES.

Se detalla según el parámetro a evaluar y con respecto al método por el que se puede llevar a cabo su determinación de concentración, a los que se le ha asignado un código que facilita la ubicación de lo que se está buscando.

Se han dividido en prácticas analíticas (A) según el tipo de técnica, y prácticas instrumentales (I) según el equipo que se puede utilizar para la determinación, enumeradas según el orden del parámetro que se decidió asignar.

Las prácticas han sido elaboradas para que sean utilizadas incluso en las asignaturas de la carrera de Ingeniería Química, contienen introducción, objetivos, alcances, principio del método utilizado, las interferencias que puedan presentarse, las cantidades de reactivos y sustancias a utilizar, los materiales y equipos (si es necesario), las acciones previas respecto a las muestras a determinar, el procedimiento de determinación, las fórmulas de las concentraciones, mención de prácticas con las que se puede obtener el mismo parámetro (si la hay) y las referencias de la práctica. Además se realizó un apartado de buenas prácticas de hábitos personales y de trabajo, el procedimiento de pesaje en balanza analítica y una proposición de gestión de desechos provenientes de las prácticas realizadas en el laboratorio.

En la tabla 4.1 se presenta una matriz de parámetros fisicoquímicos utilizados en el análisis de aguas, que servirá de guía para el manual de laboratorio presentado en el anexo 5.

Tabla 4-1: Matriz de parámetros y métodos utilizados en el análisis fisicoquímico de agua.

PARAMETRO A EVALUAR		METODOS ANALITICOS				METODOS INSTRUMENTALES				
		Método Gravimétrico	Método Volumétrico			Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	Medidor de pH/EC/ TDS y temperatura HI98129	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/Conductividad/Oxígeno Disuelto	LabQuest Vernier
			Valoración por Neutralización	Valoración por precipitación	Valoración Yodométrica					
Parámetros Físicos	TURBIDEZ						I1		I2	
	CONDUCTIVIDAD						I4	I3		
Parámetros Químicos	pH						I7	I5	I6	
	DUREZA				A1					
	ALCALINIDAD		A2							
	SOLIDOS DISUELTOS TOTALES	A3					I8			
	SOLIDOS TOTALES SUSPENDIDOS	A4								
	SOLIDOS TOTALES	A5								
	ACIDEZ MINERAL		A6							
	RESIDUO SECO	A7								
	CLORUROS			A8						
	SULFATOS						I9			
	FOSFATO						I10, I11			
POTASIO								I12		

Continuación Tabla 4-1: Matriz de parámetros y métodos utilizados en el análisis fisicoquímico de agua

PARAMETRO A EVALUAR	METODOS ANALITICOS					METODOS INSTRUMENTALES				
	Método Gravimétrico	Método Volumétrico				Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	Medidor de pH/EC/ TDS y temperatura HI98129	Turbidímetro y Medidor de Ion Especifico Multiparámetro HI C102	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/Conductividad/Oxígeno Disuelto	LabQuest Vernier
		Valoración por Neutralización	Valoración por precipitación	Valoración Yodométrica	Valoración Complejométrico					
CALCIO					A9				I13	
HIERRO						I15		I14		
MANGANESO						I16				
NIQUEL	A10									
NITRATOS						I17				
SULFURO	A11								I18	
OXIGENO DISUELTO				A12						I19
BROMO								I20		
COLOR LIBRE Y COLOR TOTAL								I21		
YODO								I22		
AMONIACO						I23				
FLUORURO									I24	
NITRITOS						I25				
DQO		A13								
DBO										I26

Nota. Fuente: Elaboración propia

CAPÍTULO V: VALIDACION Y ANALISIS ESTADISTICO.



5.1 Análisis estadístico del método

5.1.1 Límite de detección y cuantificación

Son varios los métodos empleados para la determinar el límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ), dependiendo si el procedimiento es instrumental o no instrumental.

Siempre que un método analítico se emplee en la determinación de impurezas o trazas de un principio activo es recomendable de entrada establecer LOD y LOQ. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009).

5.1.1.1 Metodología

La metodología según Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.) (2009) para el análisis estadístico es la siguiente:

a) Basado en la evaluación visual.

Esta puede ser usada en los dos diferentes tipo de métodos instrumentales y no instrumentales. Se determina a partir de análisis de muestras de concentraciones conocidas y decrecientes del analito. Estableciéndose visualmente la mínima cantidad de analito detectada y cuantificada. Este se emplea mucho en método de cromatografía de capa fina o TLC.

b) Basado en la señal-ruido.

Este procedimiento aplica a métodos que utilizan instrumentos para medir la respuesta analítica y presentar una señal de ruido basal.

Un analista debe preparar 3 soluciones blanco (reactivos, placebos analíticos, etc. según proceda) y determinar su respuesta por duplicado; si el método es espectrofotométrico o se utiliza algún tipo de blanco, las lecturas se hacen contra estos blancos establecidos en el método.

Conjuntamente debe preparar muestras (de placebo más analitos) en un intervalo que comprenda el límite de detección o cuantificación requerido; dicho intervalo debe poseer 5 niveles de calibración, dos por debajo y dos por encima del LOD o LOQ establecido. Determinar aquella cantidad del analito que genere una respuesta con respecto a la muestra blanco en una proporción de 3 a 1 para el límite de detección y de 10 a 1 para el límite de cuantificación.

c) Basado en la desviación estándar de la respuesta y la pendiente.

El límite de detección puede ser expresado como:

$$LOD = \frac{3.3\sigma}{S}$$

El límite de cuantificación puede ser expresado como:

$$LOD = \frac{10\sigma}{S}$$

Donde:

- σ = desviación estándar de la respuesta
- S = La pendiente de la curva de calibración
- La pendiente S puede ser estimada a partir de la curva de calibración de soluciones diluidas del analito.

La estimación de σ puede determinarse de varias formas:

- Basado en la desviación estándar de un blanco. Mide la magnitud de la respuesta de fondo analítica realizado por el análisis de un número apropiado de blanco de muestras (placebo) y calculando la desviación estándar de estas respuestas.
- Basada en la curva de calibración. Una curva de calibración específica debe ser estudiada usando muestras que contengan el analito en el rango del LOD y LOQ, la desviación estándar residual de la línea de regresión o la desviación estándar de y-intercepto de la línea de regresión puede ser usada como desviación estándar.

d) Basado en el método experimental de Eurachem.

Este se aplica cuando no existe la posibilidad de tener una muestra placebo o cuando ya tenemos un valor fijado para LOQ, consiste en preparar una serie de muestras con cantidades decrecientes de analito y analizar cada una de ellas 6 veces consecutivas, representando CV (%) de la precisión frente a la concentración de cada muestra.

Normalmente se fija un criterio de precisión de un CV=10% en el límite de cuantificación.

e) Basada en los márgenes establecidos en la tabla de la AOAC

Los límites de detección y cuantificación según AOAC se presentan en la tabla 5-1.

Tabla 5-1: Límite de detección y cuantificación

Analito (%)	Relación de analito	Unidad	RSD (%)	Recuperación promedio
100	1	100%	1.3	98-102
10	10 ⁻¹	10%	2.8	98-102
1	10 ⁻²	1%	2.7	97-103
0.1	10 ⁻³	0.1%	3.7	95-105
0.01	10 ⁻⁴	100 ppm	5.3	90-107
0.001	10 ⁻⁵	10 ppm	7.3	80-110
0.0001	10 ⁻⁶	1 ppm	11	80-110
0.00001	10 ⁻⁷	100 ppb	15	80-110
0.000001	10 ⁻⁸	10 ppb	21	60-115
0.0000001	10 ⁻⁹	1 ppb	30	40-120

Nota. Fuente: AOAC International (2012).

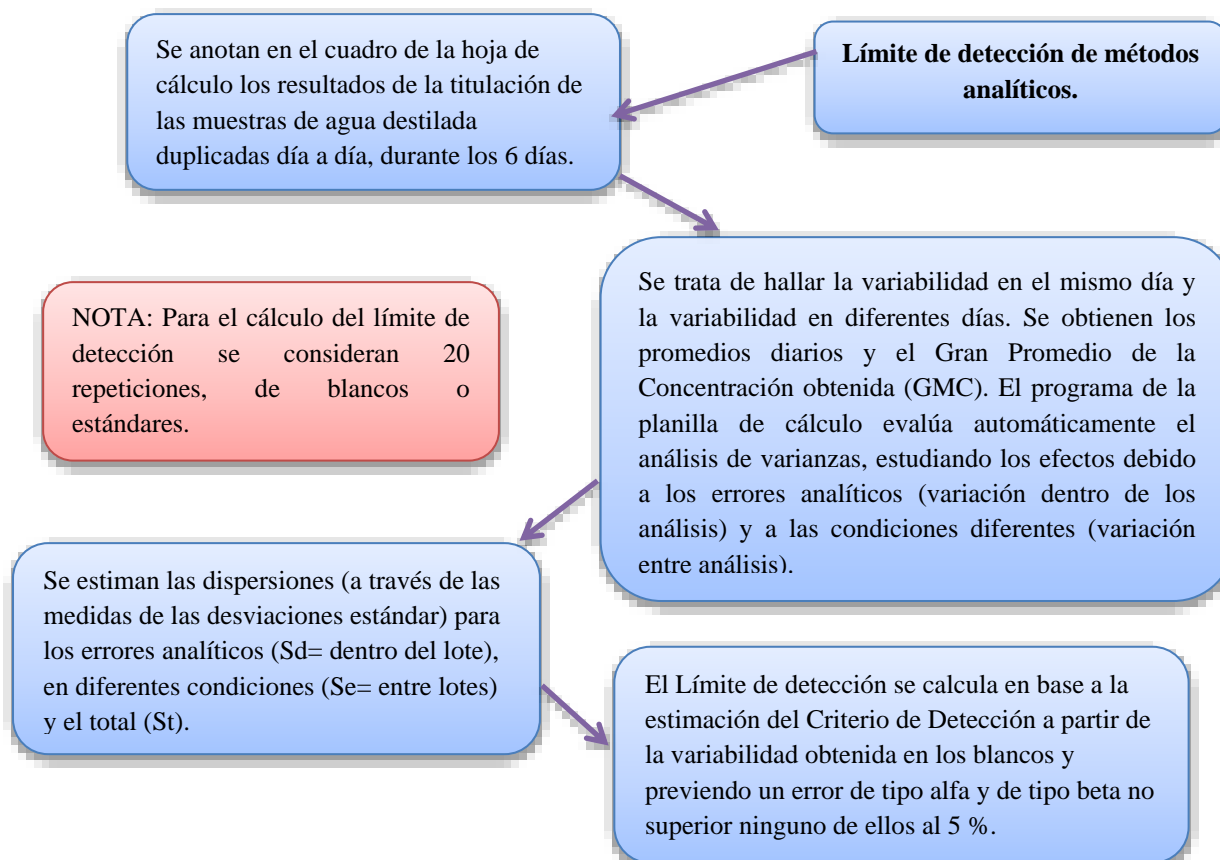
Independientemente del enfoque utilizado, el límite de cuantificación debería validarse posteriormente mediante el análisis de un número adecuado de muestras que se sepa que están cerca del LOD o LOQ o fueron preparadas a este límite.

5.1.1.2 Criterios de aceptación

- El límite de detección debe ser menor a la especificación de la prueba de impurezas límite.
- El límite de cuantificación debe ser menor a la especificación del contenido / valoración de la prueba de impurezas.

5.1.1.3 Análisis del límite de detección.

En el esquema 5-1 se describe el procedimiento de cálculo de límite de detección.



Esquema 5-1: Procedimiento para el cálculo del límite de detección

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a la información de Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.). (2009). Aspectos prácticos para el control de calidad en el laboratorio. (1ra ed.) Buenos Aires: Ciencia y Tecnología para el Desarrollo.

5.1.1.4 Estimación del límite de detección

Normalmente y considerando el error de tipo alfa y el error de tipo beta, el límite de detección se calcula de la siguiente manera:

$$L.D. = 3,3 Sd \text{ (del blanco o testigo)}$$

El factor 3,3 es el valor del parámetro estadístico z para un nivel de confianza del 95 % multiplicado por 2. El valor de Sd es el valor de desviación estándar dentro del grupo obtenido por raíz cuadrada del valor del cuadrado medio dentro. Se utiliza el valor de desviación estándar dentro del grupo, ya que se ha probado mediante el test F que no hay diferencias significativas entre lotes y dentro de lotes.

5.2 Análisis estadístico de las muestras

5.2.1 Aspectos generales

Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), (2009) define el error como “la diferencia entre el resultado obtenido y el valor verdadero del mensurando”. La incertidumbre y el error están asociados, ya que la incertidumbre debe considerar todas las posibles fuentes de error del proceso de medida. De todos modos, hay diferencias entre ambos conceptos.

Puede darse el caso de que un resultado tenga un error despreciable, ya que por casualidad, este resultado puede estar muy próximo al valor verdadero. Además, el error cometido al analizar varias muestras con un método analítico no es siempre el mismo ya que los errores aleatorios hacen que el error cometido en cada uno de los análisis sea diferente.

Sin embargo, la incertidumbre de todos los resultados obtenidos al analizar esa muestra es siempre la misma ya que se utiliza siempre el mismo método analítico. Por tanto, si se calcula la incertidumbre para un método analítico y un tipo de muestras determinado, todos los resultados

obtenidos para las mismas muestras de ese tipo que se analicen con ese método tendrán la misma incertidumbre, aunque no tienen por qué tener el mismo error asociado.

La veracidad de un resultado se define como el grado de concordancia entre el valor medio obtenido a partir de una serie de resultados de ensayo y un valor de referencia aceptado. La incertidumbre y la veracidad están muy relacionadas entre sí, ya que si no se ha verificado la veracidad de un resultado, no se puede garantizar que se hayan corregido todos los errores sistemáticos del mismo y, por lo tanto, no es posible asegurar que el intervalo (Valor estimado \pm Incertidumbre) contenga al valor considerado verdadero con una determinada probabilidad.

Al expresar un resultado analítico como (Valor estimado \pm Incertidumbre), el analista debe verificar que el Valor estimado no tiene un error sistemático. Si la veracidad del resultado se ha verificado utilizando un estándar nacional o internacional (CRM, método de referencia, etc.), en ese proceso también se verifica la trazabilidad del resultado frente al estándar utilizado. En este caso, la incertidumbre y la trazabilidad también están relacionadas entre sí. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009).

La incertidumbre debe incluir un término asociado a la precisión intermedia del experimento, y otro término asociado a verificar si el método tiene o no un error sistemático. Esto hace que la incertidumbre siempre sea mayor que la variabilidad de los resultados debida a la precisión intermedia.

Incertidumbre y precisión de un resultado analítico son términos muy relacionados. Los analistas están acostumbrados a asociar el término precisión a un determinado múltiplo de la desviación estándar o a un intervalo de confianza, resultante de repetir el análisis de la muestra problema.

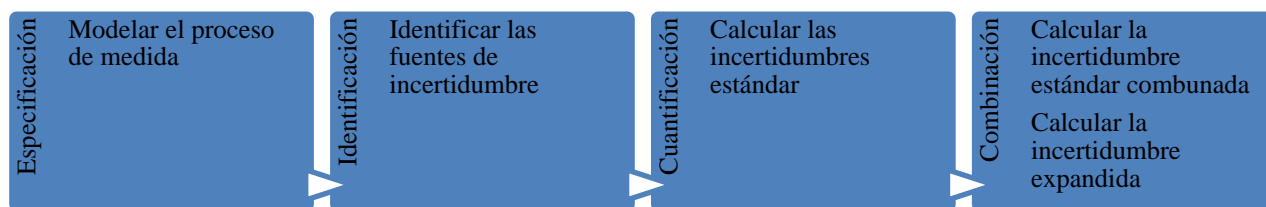
El concepto de incertidumbre es más global, en el sentido de considerar todas las fuentes posibles de error que intervienen el resultado final. Probablemente la diferencia más importante se encuentra en el hecho de que el concepto de incertidumbre está íntimamente ligado con el concepto de trazabilidad, no así el de precisión, que indica una mera dispersión de los datos. ISO

define la incertidumbre como "una estimación unida al resultado de un ensayo que caracteriza el rango de valores dentro de los cuales se afirma que está el valor verdadero". Prácticamente esto nos está diciendo que ya que la estimación de la incertidumbre debe incluir el valor verdadero, no tiene ningún sentido calcular la incertidumbre sin antes haber verificado la trazabilidad del procedimiento analítico, ya que solamente en estas circunstancias podremos asegurar que el valor verdadero cae dentro de nuestra incertidumbre. (Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.), 2009).

5.2.2 Cálculo de incertidumbre mediante el criterio Eurachem

El método para el cálculo de incertidumbres promovido por la ISO fue primero aplicado a resultados físicos, y posteriormente adaptado al campo de las mediciones químicas por el EURACHEM.

En este enfoque se divide el proceso de medida químico en bloques o pasos, se busca la incertidumbre de cada bloque o paso, y finalmente se combinan para encontrar la incertidumbre total en sus partes fundamentales mediante la identificación, estimación y combinación de todas las fuentes de incertidumbre asociadas con el proceso de medida. Esta aproximación puede ser usada con métodos clásicos de análisis o bien con otros casos muy simples. Para otras metodologías, las dificultades para establecer una relación matemática entre los resultados analíticos y los parámetros que intervienen el procedimiento analítico lo hacen muy complejo, y suele ser mejor dividir el proceso de medida en un número de bloques como el muestreo, los pretratamientos de la muestra, la separación del analito, la medida instrumental, los cálculos, etc., en lugar de intentar buscar una expresión algebraica del tipo $y = f(x_i, x_j, x_k, \dots)$. (Ver esquema 5-2)



Esquema 5-2: Procedimiento para cuantificar la incertidumbre total.

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a la información de Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.). (2009). Aspectos prácticos para el control de calidad en el laboratorio. (1ra ed.) Buenos Aires: Ciencia y Tecnología para el Desarrollo.

CAPÍTULO VI: ANALISIS DE RESULTADOS.



6.1 Lugar de muestreo

a) Agua de tipo doméstico

Se tomaron muestras del agua de filtro dejando correr por lo menos 15 minutos para uniformizar el contenido, luego en recipientes perfectamente identificados se tomaron muestras por duplicado.

Agua de filtro: Pura UV (15610211) UVB1-EPCB 0.5 Micron Carbon Block Drinking Filter 2 GPM 220 V (ver figura 6.1)



Figura 6.1: Filtro Pura UV 5M

Nota. Fuente: Elaboración propia

c) Muestras de campo

Se tomaron muestras en tres de pozos ubicados en la ciudad de Santa Ana, los cuales se realizaron por triplicado además de ello se tomó un punto de muestreo en el Río Suquiapa el cual también se realizó por triplicado. En la tabla 6-1 se presentan las especificaciones de los pozos de muestreo.

Tabla 6-1: Especificaciones pozos

Código	Latitud	Longitud	Profundidad del agua (m)	Tipo de pozo	Uso del pozo
Sa04-12MX	14.0101333	-89.5442833	3.98	Somero	Doméstico
Sagranjamx-12	14.0137333	-89.536	12.16	Somero	Agroindustria
Sa18MX-12	14.0199667	-89.5477	7.1	Somero	Doméstico

Nota. Fuente: Elaboración propia

En la tabla 6-2 están las especificaciones de la ubicación del río Suquiapa que se puede apreciar en la figura 6.2.

Tabla 6-2: Especificaciones río Suquiapa

Río	Código	Ubicación	Latitud	Longitud
Suquiapa	A01SUQUI	Río Sucio, contiguo a Beneficio El Sauce, Santa Ana	14.0132	-89.54236

Nota. Fuente: Elaboración propia



Figura 6.2: Ubicación de las tomas de muestras

Nota. Fuente: Elaboración propia de ubicación de sitio.

Luego del muestreo realizado en los tres pozos, en el Río Suquiapa y las muestras tomadas de agua de filtro y agua de chorro se determinaron las concentraciones de cada parámetro fisicoquímico analizado con el objetivo de comprobar la utilidad de cada uno de los métodos analíticos e instrumentales, propuestos en este documento para el desarrollo de un manual que pueda describir de manera sistemática los procedimientos para llevar a cabo los diferentes tipos de análisis dentro de las instalaciones del laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador.

A continuación se presenta un ejemplo de validación estadística de los datos obtenidos experimentalmente.

6.2 Ejemplo de cálculo de medidas de dispersión y coeficiente de variación.

Se consideró que en base a los datos obtenidos, se deberían calcular la media aritmética, la desviación estándar, el rango y el coeficiente de variación.

Las medidas de Tendencia Central son empleadas para resumir a los conjuntos de datos que serán sometidos a un estudio estadístico, se les llama medidas de tendencia central porque generalmente la acumulación más alta de datos se encuentra en los valores intermedios. Estas medidas son utilizadas con gran frecuencia como medidas descriptivas de poblaciones o muestras.

Las medidas de dispersión hacen referencia a la variabilidad, o la evaluación de cuán separados o extendidos están los datos o bien cuánto difieren unos de otros. Entendiéndose la variación, como el grado en que los datos numéricos tienden a distribuirse alrededor de un valor central. Sirven para identificar si una medida central, es adecuado para representar la población de datos. Indicar la relación de un dato con los otros. Comprender el riesgo para poder tomar decisiones. Son de gran utilidad al comparar distribuciones.

- **Parámetro: Calcio.**

En la tabla 6-3 se tienen los datos de concentración de calcio en ppm obtenidos en las pruebas de aguas naturales. A partir de ellos se procede a calcular las medidas de dispersión.

Tabla 6-3: Datos experimentales de calcio

Muestra	Concentración de calcio en ppm		
	PRUEBA 1	PRUEBA 2	PRUEBA 3
SA04	5.71424	5.30608	6.53056
SA18	6.533056	5.30608	6.1224
GRANJA	3.67344	2.85712	4.0816
SUQUI	8.97952	8.1632	9.38768

Nota. Fuente: Elaboración propia

a) Se calcula la media aritmética haciendo una sumatoria de los datos de cada prueba y se divide entre la cantidad de pruebas realizadas

$$\tilde{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = \frac{5.71424 + 5.30608 + 6.53056}{3} = 5.85029333$$

b) La desviación estándar se calcula con la raíz cuadrada de la sumatoria de la resta de cada dato con la media aritmética elevada al cuadrado, entre el número de pruebas menos 1.

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \tilde{x})^2}{n - 1}}$$

$$= \sqrt{\frac{(5.71424 - 5.85029333)^2 + (5.30608 - 5.85029333)^2 + (6.53056 - 5.85029333)^2}{3 - 1}}$$

$$\sigma = 0.6234747$$

c) El rango se obtiene restando el valor mínimo al valor máximo obtenido en las pruebas realizadas.

$$R = \text{Valor máximo} - \text{Valor mínimo} = 6.53056 - 5.30608 = 1.22448$$

d) Se calcula el coeficiente de variación haciendo una división de la desviación estándar entre la media aritmética absoluta.

$$C_v = \frac{\sigma}{|\bar{x}|} * 100 = \frac{0.6234747}{5.85029333} * 100 = 10.6571528$$

6.3 Ejemplo de cálculo de determinación del grado de coincidencia entre el valor obtenido de una serie de resultados y un valor de referencia aceptado.

a) Determinación de sesgo

Parámetro: Cloruros.

En la tabla 6-4 los resultados de la concentración en ppm de cloruros en el río Suquiapa

Tabla 6-4: Datos Experimentales de Cloruros

Muestra	Concentración (ppm)	
SUQUI	32.7614	33.6236

Nota: Para los datos se tomara un nivel de confianza del 95%. Fuente: Elaboración propia

Ejemplo de cálculo.

Muestra SA04.

El valor permitido 17.01 mg/L. Calculamos el valor del sesgo como la resta del resultado obtenido y el valor permitido el cual se ha sido obtenido a partir de referencias avaladas de estudios anteriores.

Tabla 6-5: Ejemplo de resultado valor de sesgo

LECTURA	RESULTADO	SESGO
1	32.7614	15.7514
2	33.6236	16.6136

Nota. Fuente: Elaboración propia

Grados de libertad= n-1 = 1

$$T_{cal} = \frac{[Xa - X]}{S * \sqrt{n}}$$

Dónde:

$t_{\text{calc}} = t$ observado o calculado

$X_a =$ Valor esperado o valor certificado en concentración

$X =$ Promedio de valores leídos u observados en concentración

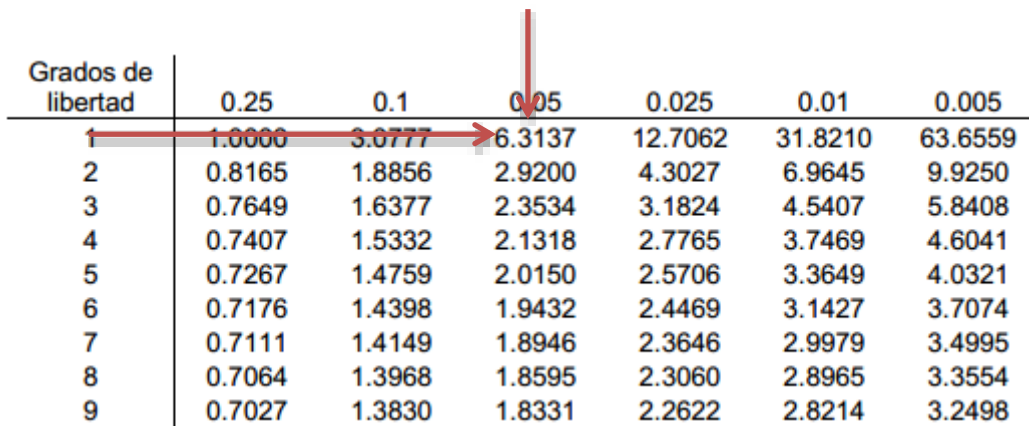
$S =$ Desviación estándar

$n =$ Número de lecturas o valores observados.

$$T_{\text{cal}} = \frac{[17.01 - 33.1925]}{0.4311 * \sqrt{2}}$$

$$T_{\text{cal}} = -26.5431$$

Ahora hacemos uso de la tabla t-student para 1 grado de libertad y 95% de confianza.



Grados de libertad	0.25	0.1	0.05	0.025	0.01	0.005
1	1.0000	3.0777	6.3137	12.7062	31.8210	63.6559
2	0.8165	1.8856	2.9200	4.3027	6.9645	9.9250
3	0.7649	1.6377	2.3534	3.1824	4.5407	5.8408
4	0.7407	1.5332	2.1318	2.7765	3.7469	4.6041
5	0.7267	1.4759	2.0150	2.5706	3.3649	4.0321
6	0.7176	1.4398	1.9432	2.4469	3.1427	3.7074
7	0.7111	1.4149	1.8946	2.3646	2.9979	3.4995
8	0.7064	1.3968	1.8595	2.3060	2.8965	3.3554
9	0.7027	1.3830	1.8331	2.2622	2.8214	3.2498

Figura 6.3: Uso de tabla t- student

Nota. Fuente: Elaboración propia en base a la información de Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.). (2009). Aspectos prácticos para el control de calidad en el laboratorio. (1ra ed.) Buenos Aires: Ciencia y Tecnología para el Desarrollo.

Se extrae de tabla el t crítico que es de 6.3137, cumpliéndose que $t_{\text{calc}} < t_{\text{crit}}$, ya que $-26.5431 < 6.3137$. Es decir; no hay diferencias significativas.

A través del ejercicio se puede observar que para la medición de cloruros en agua el sesgo obtenido para el método utilizado es aceptable, y por lo tanto su veracidad es aceptable.

6.4 Tablas de resultados

A partir de la tabla 6-5 hasta la tabla 6-17 se presentan los resultados obtenidos de las muestras a tres pozos, el río Suquiapa y de la red de distribución de agua en base de las pruebas realizadas en el laboratorio de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la FIA-UES. Junto con las medidas de dispersión, el método utilizado y la referencia de la práctica del manual de laboratorio.

Muestra: SA04

Tabla 6-6: Resultados de parámetros para muestra SA04

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
Alcalinidad	ppm	210.7 209.7 212.69	211.03	1.52207096	2.99	0.72125809	Valoración por Neutralización	A2
Cloruro	ppm	81.90368 82.765824	82.334752	0.60962787	0.862144	0.74042595	Valoración por precipitación	A8
Calcio	ppm	5.71424 5.30608 6.53056	5.85029333	0.6234747	1.22448	10.6571528	Valoración Complejométrica	A9

Nota. Fuente: Elaboración propia

Tabla 6-7: Resultados de parámetros para muestra SA04

Parámetro	Unidad	Valor	Método	Referencia
Sólidos disueltos	ppm	128	Método Gravimétrico	A3
Sólidos suspendidos	ppm	10	Método Gravimétrico	A4
Sólidos totales	ppm	138	Método Gravimétrico	A5
Acidez mineral	ppm	0	Valoración por Neutralización	A6
Residuo seco	ppm	370	Método Gravimétrico	A7

Continuación Tabla 6-7: Resultados de parámetros para muestra SA04

Parámetro	Unidad	Valor	Método	Referencia
Níquel	ppm	0	Método Gravimétrico	A10
Conductividad	μS	651	pHmetro HANNA HI98129	I4
pH		8.25	pHmetro HANNA HI98129	I7
Total de Sólidos Disueltos	ppm	324	pHmetro HANNA HI98129	I8
Oxígeno disuelto	ppm	3.3	LABQUEST VERNIER	I19

Nota. Fuente: Elaboración propia

Muestra: SA18

Tabla 6-8: Resultados de parámetros para muestra SA18

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
Alcalinidad	ppm	234.04 233.039 234.98	234.019667	0.97065974	1.941	0.414777	Valoración por Neutralización	A2
Cloruro	ppm	39.658624 37.072192	38.365408	1.82888361	2.586432	4.76701201	Valoración por precipitación	A8
Calcio	ppm	6.533056 5.30608 6.1224	5.98717867	0.62456475	1.226976	10.431704	Valoración Complejométrica	A9

Nota. Fuente: Elaboración propia

Tabla 6-9: Resultados de parámetros para muestra SA18

Parámetro	Unidad	Valor	Método	Referencia
Sólidos suspendidos	ppm	30	Método Gravimétrico	A3
Sólidos disueltos	ppm	376	Método Gravimétrico	A4

Continuación Tabla 6-7: Resultados de parámetros para muestra SA18

Parámetro	Unidad	Valor	Método	Referencia
Sólidos totales	ppm	406	Método Gravimétrico	A5
Acidez mineral	ppm	0	Valoración por Neutralización	A6
Residuo seco	ppm	300	Método Gravimétrico	A7
Níquel	ppm	0.1019	Método Gravimétrico	A10
Conductividad	μS	584	pHmetro HANNA HI98129	I4
pH		8.16	pHmetro HANNA HI98129	I7
Total de Sólidos Disueltos	ppm	293	pHmetro HANNA HI98129	I8
Oxígeno disuelto	ppm	7.8	LABQUEST VERNIER	I19

Nota. Fuente: Elaboración propia

Muestra: GRANJA

Tabla 6-10: Resultados de parámetros para muestra GRANJA

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
Alcalinidad	ppm	129.14 128.17 131.08	129.463333	1.48169947	2.91	1.14449353	Valoración por Neutralización	A2
Cloruro	ppm	50.866496 52.590784	51.72864	1.21925574	1.724288	2.3570226	Valoración por precipitación	A8
Calcio	ppm	3.67344 2.85712 4.0816	3.53738667	0.6234747	1.22448	17.6252911	Valoración Complejométrica	A9

Nota. Fuente: Elaboración propia

Tabla 6-11: Resultados de parámetros para muestra GRANJA

Parámetro	Unidad	Valor	Método	Referencia
Sólidos Suspendidos	ppm	46	Método Gravimétrico	A3
Sólidos disueltos	ppm	372	Método Gravimétrico	A4
Sólidos totales	ppm	418	Método Gravimétrico	A5
Acidez mineral	ppm	0	Valoración por Neutralización	A6
Residuo seco	ppm	350	Método Gravimétrico	A7
Níquel	ppm	0.26416	Método Gravimétrico	A10
Conductividad	μS	468	pHmetro HANNA HI98129	I4
pH		7.91	pHmetro HANNA HI98129	I7
Total de Sólidos Disueltos	ppm	231	pHmetro HANNA HI98129	I8
Oxígeno disuelto	ppm	7.6	LABQUEST VERNIER	I19

Nota. Fuente: Elaboración propia

Muestra: SUQUI

Tabla 6-12: Resultados de parámetros para muestra SUQUI

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Sesgo	Método	Referencia
Alcalinidad	ppm	249 251.91 247.06	249.324	2.440186	4.848	0.9787208		Valoración por Neutralización	A2
Cloruro	ppm	32.761 33.623	33.19254	0.609627	0.862	1.836640	16.18	Valoración por precipitación	A8
Calcio	ppm	8.9795 8.1632 9.3876	8.843466	0.623474	1.224	7.0501164		Valoración complejométrica	A9

Continuación Tabla 6-7: Resultados de parámetros para muestra GRANJA

Conduct.	μS/cm	718 715 715	716	1.4142	3	0.001975	307.6	pHmetro HANNA HI98129	I4
Sólidos disueltos totales.	ppm	372 375 375	374	1.4142	3	0.003781	29.33	Método Gravimétrico	A4
Oxígeno disuelto	ppm	8.3 8.5 8.5	8.4	0.09428	0.3	0.0112238	6.2	LABQUEST VERNIER	I19

Nota. Fuente: Elaboración propia

Tabla 6-13: Resultados de parámetros para muestra SUQUI

Parámetro	Unidad	Valor	Método	Referencia
Sólidos suspendidos	ppm	90	Método Gravimétrico	A3
Sólidos totales	ppm	462	Método Gravimétrico	A5
Acidez mineral	ppm	0	Valoración por Neutralización	A6
Residuo seco	ppm	400	Método Gravimétrico	A7
Níquel	ppm	0	Método Gravimétrico	A10
pH		8.02	pHmetro HANNA HI98129	I7
Total de Sólidos Disueltos	ppm	357	pHmetro HANNA HI98129	I8

Nota. Fuente: Elaboración propia

Muestra: AGUA DE FILTRO

Tabla 6-14: Resultados de parámetros para muestra AGUA DE FILTRO

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
Cloruro	ppm	6.89930345 6.14280088 5.17447759	6.07219397	0.86457797	1.72482586	14.2383128	Valoración por precipitación	A8
Conductividad	µS/cm	597 595.9 596.6 593.4 595.2	595.62	1.41844986	3.6	0.23814678	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I3
Conductividad	µS/cm	501 500 519	506.666667	10.6926766	19	2.1103967	Medidor de pH/EC/TDS y temperatura HI98129	I4
pH		7.1 7.1 7.1	7.1	0	0	0	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I5
pH		6.98 7.02 7.02 7.01 7.01	7.008	0.01643168	0.04	0.23447027	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I6
pH		6.82 6.82 6.85	6.83	0.01732051	0.03	0.25359455	Medidor de pH/EC/TDS y temperatura HI98129	I7

Continuación Tabla 6-14: Resultados de parámetros para muestra AGUA DE FILTRO

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
Total de Sólidos Disueltos	ppm	254 250 259	254.333333	4.50924975	9	1.77296845	Medidor de pH/EC/TDS y temperatura HI98129	I8
Sulfatos	mg/l	280.336 280.416 271.86	277.5373333	4.9168776	8.556	1.771609441	Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	I9
Fosfatos	mg/l	34.90857143 34.77714286 36.01714286	35.23428571	0.681151486	1.24	1.933206456	Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	I10
Potasio	M	0.0002 0.0002 0.0002	0.0002	0	0	0	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I12
Calcio	M	0.0001 0.0001 0.0001	0.0001	0	0	0	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I13

Continuación Tabla 6-14: Resultados de parámetros para muestra AGUA DE FILTRO

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
Nitrato	ppm	4.957	4.949275	0.00705709	0.0151	0.14258833	Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	I17
		4.9449						
		4.9533						
		4.9419						
Oxígeno Disuelto	ppm	3.5	3.56666667	0.05773503	0.1	1.61873907	LabQuest Vernier	I19
		3.6						
		3.6						
Bromo	ppm	0.08	0.08333333	0.0057735	0.01	6.92820323	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I20
		0.09						
		0.08						
Cloro total	ppm	0.28	0.25666667	0.02081666	0.04	8.11038701	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I21
		0.24						
		0.25						
Cloro libre	ppm	0.05	0.05	0	0	0	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I21
		0.05						
		0.05						
Iodo	ppm	0.15	0.15	0	0	0	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I22
		0.15						
		0.15						

Nota. Fuente: Elaboración propia

Muestra: AGUA DE FILTRO

Tabla 6-15: Resultados de parámetros para muestra AGUA DE FILTRO

Parámetro	Unidad	Valor	Método	Referencia
Turbidez	NTU	0	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I1
Turbidez	NTU	0	LabQuest Vernier	I2
Hierro	ppm	0	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I14
Hierro	ppm	No detectable	Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	I15
Amoníaco	M	0	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I23

Nota. Fuente: Elaboración propia

Muestra: AGUA DE POTABLE (RED PÚBLICA)

Tabla 6-16: Resultados de parámetros para muestra agua potable

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
Cloruro	ppm	6.89930345 7.89788684 6.03689052	6.9446936	0.9313281	1.86099632	13.4106435	Valoración por precipitación	A8
Conductividad	µS/cm	500.3 500.7 501.3 499.6 499.7	500.32	0.70851958	1.7	0.14161328	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I3
Conductividad	µS/cm	449 454 450	451	2.64575131	5	0.58664109	Medidor de pH/EC/TDS y temperatura HI98129	I4
pH		6.8 6.9 6.8	6.83333333	0.05773503	0.1	0.84490283	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I5
pH		6.71 6.72 6.72 6.74 6.73	6.724	0.01140175	0.03	0.16956803	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I6

Continuación Tabla 6-16: Resultados de parámetros para muestra agua potable

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
pH		6.5 6.55 6.55	6.53333333	0.02886751	0.05	0.4418497	Medidor de pH/EC/TDS y temperatura HI98129	I7
Total de Sólidos Disueltos	Ppm	224 227 225	225.333333	1.52752523	3	0.67789581	Medidor de pH/EC/TDS y temperatura HI98129	I8
Sulfatos	mg/l	200.624 198.472 201.872	200.3226667	1.719913176	3.4	0.858571426	Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	I9
Fosfatos	mg/l	29.12 28.99428571 29.44571429	29.18666667	0.23298127	0.451428571	0.798245557	Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	I10
Potasio	M	0.0004 0.0003 0.0003	0.00033333	5.7735E-05	0.0001	17.3205081	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I12
Calcio	M	0.0003 0.0002 0.0003	0.00026667	5.7735E-05	0.0001	21.6506351	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I13

Parámetro	Unidad	Valor	Media aritmética	Desviación Estándar	Rango	Coefficiente de variación	Método	Referencia
Nitrato	ppm	3.8977 3.7496 3.8947 3.8947	3.859175	0.07306369	0.1481	1.8932463	Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	I17
Oxígeno Disuelto	ppm	4.9 5 5	4.96666667	0.05773503	0.1	1.16245021	LabQuest Vernier	I19
Bromo	ppm	1.2 1.2 1.19	1.19666667	0.0057735	0.01	0.48246541	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I20
Cloro total	ppm	0.5 0.51 0.51	0.50666667	0.0057735	0.01	1.13950711	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I21
Cloro libre	ppm	0.25 0.21 0.21	0.22333333	0.02309401	0.04	10.3406018	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I21
Iodo	ppm	0.97 0.96 0.96	0.96333333	0.0057735	0.01	0.59932554	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I22

Nota. Fuente: Elaboración propia

Continuación Tabla 6-16: Resultados de parámetros para muestra agua potable

Muestra: AGUA POTABLE (RED PÚBLICA)

Tabla 6-17: Resultados de parámetros para muestra agua potable

Parámetro	Unidad	Valor	Método	Referencia
Turbidez	NTU	0	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I1
Turbidez	NTU	0	LabQuest Vernier	I2
Hierro	ppm	0	Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102	I14
Hierro	ppm	No detectable	Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS	I15
Amoníaco	M	0	Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/ Conductividad/ Oxígeno Disuelto	I23

Nota. Fuente: Elaboración propia

6.5 Comparación con normativas nacionales

En el anexo se resume una serie de parámetros dados por la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08, en los que se detallan los límites máximos permisibles de componentes en el agua potable para que no sean perjudiciales a la salud humana y al medio ambiente. Estos parámetros además de dar conocimiento sobre lo máximo que puede contener el agua potable, también se utilizarían para hacer una comparación con los resultados obtenidos mediante las pruebas de la parte experimental que se llevó a cabo en el laboratorio de Geotermia y la Planta Piloto de la FIA-UES. Así tener en vista si realmente el agua de filtro y el agua potable de la red pública, se encuentran dentro estos límites.

Tabla 6-18: Comparación entre la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 y los datos obtenidos en las pruebas

Parámetro	Unidades	Límite según la NSO 13.07.01:08	Resultado de la prueba con agua de filtro	Resultado de la prueba con agua potable de la red pública
pH	---	8.5	7.008	6.724
Sólidos totales disueltos	mg/l	1000	254.333333	225.333333
Turbidez	UNT	1	0	0
Hierro Total	mg/litro	0.3	0	0
Nitrato (NO ₃)	mg/litro	45	4.949275	3.859175
Cloro residual libre	mg/litro	1.1	0.05	0.22333333
Sulfato	mg/litro	400	277.537333	200.322667

Nota. Fuente: Elaboración propia

En la tabla 6.18 puede observarse se han seleccionado los parámetros que se encuentran contemplados en la norma que coinciden a los que se le realizaron las pruebas, se concluye que tanto el agua de filtro como el agua potable están dentro de los límites aceptables, deduciendo que además de demostrar que su calidad de agua, se puede decir que las metodologías propuestas son factibles de realizarse ya que resultan datos reales.

Muchos de los parámetros que se midieron no están considerados dentro de la norma salvadoreña, por lo que no tienen valor de comparación.

CONCLUSIONES

- Con el estudio realizado se contabilizaron los equipos, reactivos y materiales que resultaron funcionales para los propósitos que se tenían previstos, con lo que se concluyó que la Planta Piloto de la FIA-UES, posee una gran cantidad de recursos que sabiendo aprovecharlos se pueden obtener grandes beneficios a nivel académico, científico y económico.

- La Planta Piloto posee un gran potencial para convertirse en un laboratorio de alto prestigio dentro de la UES y a nivel nacional. Con los recursos existentes se garantiza confiabilidad en los resultados debido a la calidad que posee. Además con la inversión adecuada puede alcanzar a tener instalaciones más preparadas para fines de análisis.

- Con las prácticas recopiladas adaptadas a los recursos existentes, se considera que la Planta Piloto se encuentra lista para realizar aportes importantes relacionados con las problemáticas ambientales del recurso hídrico. Se considera que se pueden determinar más de 25 parámetros fisicoquímicos que ayuden a estimar la calidad de aguas domésticas, industriales y cuerpos de aguas, orientando a la búsqueda de soluciones para cumplir las normativas vigentes.

- La deposición o tratamiento de los desechos es de suma importancia para el buen funcionamiento de un laboratorio. A medida que se expandan las labores dentro de la Planta Piloto, se volverá más necesario que se dé una apropiada deposición a los desechos, para esto, se podrá tomar como base los trabajos de graduación realizados en los últimos años relacionados con esta temática.

OBSERVACIONES FINALES

- La matriz de parámetros fisicoquímicos/metodologías analíticas e instrumentales servirá de herramienta de primera mano para encontrar con facilidad que parámetros se pueden analizar. Dicha matriz está enumerada y clasificada de tal manera que el usuario pueda saber de inmediato si el parámetro se puede analizar de forma analítica o instrumental, mediante que método analítico o que instrumento podrá usar.

- Se llevó a cabo la compilación de los procedimientos de análisis químico de cada parámetro esperados a partir de los protocolos estandarizados principalmente de Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater para las pruebas analíticas. En las prácticas instrumentales, además de la fuente mencionada, se consultaron manuales proporcionados por cada fabricante del equipo: Espectrofotómetro Shimadzu Scientific Instrument 1800 UV-VS, Medidor de pH/EC/ TDS y temperatura HI98129, Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro HI C102, Multiparámetro Portátil Thermo Scientific Orion Star A329 pH/ISE/Conductividad/Oxígeno Disuelto, LabQuest Vernier.

- Las prácticas analíticas incluidas en el manual de este trabajo han sido adaptadas a los recursos disponibles de la Planta Piloto y el Laboratorio de Geotermia de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la FIA-UES, de tal manera que el usuario que desee hacer dichas prácticas haga uso de la menor cantidad de reactivos durante los análisis que realice, a la vez que se minimiza el impacto ambiental que los análisis fisicoquímicos generan al desechar algunas sustancias.

- Las prácticas instrumentales han sido desarrolladas para que el usuario pueda hacer uso de los equipos e instrumentos de una forma fácil y secuencial, se han adaptado de tal manera que el usuario pueda leer las instrucciones de forma que el análisis se realice de una forma práctica y

segura. Su aplicación puede ser para prácticas de laboratorio de asignaturas tales como química analítica, análisis instrumental, asignaturas relacionadas con técnicas electivas ambientales, y para proyectos de evaluación ambiental, así como para préstamo de servicios analíticos para usuarios internos o externos de la Universidad de El Salvador.

- Se realizó muestreo de aguas para la obtención de matrices de análisis para el desarrollo de los protocolos de cuantificación analíticos. Se tomaron muestras de agua filtrada y agua potable (de la red pública) utilizando el método de muestreo de agua potable mencionado en el capítulo 3 del presente documento. También se tomó muestras de 3 pozos y del Río Suquiapa con el método de muestreo de aguas naturales, éstas fueron transportadas a la Planta Piloto con el debido cuidado y acondicionamiento requerido para realizar los respectivos análisis.

- Se aplicaron las metodologías analíticas e instrumentales contenidas en las prácticas propuestas en muestras de 3 pozos, el Río Suquiapa, en agua filtrada y agua potable (de la red pública) para comprobar su utilidad en la determinación de parámetros, con lo que se logró obtener una serie de mediciones pertenecientes a las concentraciones.

- Se preparó un material adicional con fotografías con las indicaciones fundamentales de algunas de las prácticas realizadas que ayudará a facilitar el desarrollo de las mismas ya sea por alumnos de pregrado o docentes en investigaciones posteriores.

- En el capítulo 2, se mencionan una serie de laboratorios de análisis químicos de aguas a nivel nacional, regional y local que cuentan con su respectiva certificación para llevar a cabo pruebas en diferentes tipos de aguas. Es posible que en caso del laboratorio de Geotermia de la FIA-UES decidiera optar por la certificación, podría ayudarse de los laboratorios ya existentes.

- Las metodologías de procedimientos analíticos e instrumentales en su mayoría pueden utilizarse en todo tipo de aguas (agua potable, aguas naturales, agua lluvia, aguas residuales, aguas industriales). Aunque algunas dependerá de los límites de detección que posean, es decir, algunos componentes que interfieran, ciertos niveles de concentración de compuestos y/o niveles detectables de los equipos.

- El laboratorio de Geotermia de la FIA-UES está provisto de materiales y equipos que han sido incluidos en un inventario realizado el presente año por los encargados de la Planta Piloto. El trabajo experimental permitió conocer estos recursos con los que se cuenta y que con su debido cuidado y conocimiento podría promoverse su utilización en las diferentes asignaturas de la carrera de Ingeniería Química.

- Durante el desarrollo de la parte experimental fue necesario seguir las normas de seguridad dadas por el tipo de reactivo que se debía utilizar, teniendo en cuenta no sólo la seguridad individual con el uso de gabacha, lentes, mascarilla y guantes. Se procuró que los contenedores de los reactivos fueran los adecuados en caso de almacenamiento o desecho. Fue de vital importancia el uso de la cámara de gases en el manejo principalmente de ácidos, que evitó daños por inhalación e irritación en ojos y garganta. Además de mantener la higiene en el área de trabajo y enjuagarse muy bien las manos antes y después de la estancia en el laboratorio.

- Las mediciones de pH, sólidos totales disueltos, turbidez, hierro total, nitrato (NO_3) y cloro residual libre son las únicas determinaciones contempladas en la norma salvadoreña obligatoria NSO 13.07.01:08 que pudieron realizarse en el laboratorio de geotermia de la FIA-UES, comparándose con el agua de filtro y el agua potable de la red pública, pudiendo observarse que éstas se encontraban dentro de los límites aceptables que comprueban su calidad de agua que no perjudique la salud de las personas ni del medio ambiente.

RECOMENDACIONES

- Durante el desarrollo de la parte experimental del trabajo de investigación, se utilizó una serie de reactivos que si bien, aun reduciendo su concentración disminuye el riesgo de ciertos componentes, se considera necesario tomar precauciones durante el manejo de sustancias o químicos, ya que muchos se consideran peligrosos para la salud y el medio ambiente, se recomienda tomar en cuenta las Frases de Riesgo y Seguridad antes de manipular los reactivos.
- Los equipos e instrumentos de análisis requeridos han sido parte de una gran inversión por parte de la Universidad de El Salvador, por lo que a pesar de estar a disposición de los estudiantes y docentes de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la FIA-UES, es importante que el usuario tenga la delicadeza de cuidar los equipos y de asegurarse de hacer buen uso de ellos de tal manera que aseguremos la durabilidad y funcionalidad de ellos con el transcurso del tiempo. Se sugiere que antes de utilizarlos se consulten las prácticas analíticas en este documento expuestas y los manuales de equipo proporcionados por los fabricantes o el anexo contenido al final de este documento, donde se especifica las indicaciones fundamentales a seguir en base a la experiencia propia de los partícipes en este trabajo de investigación.
- Las personas que deseen hacer uso de los manuales propuestos en este documento, se espera que tenga conocimientos previos sobre el análisis de parámetros fisicoquímicos, es decir, que haya cursado o estén cursando materias que contengan principios básicos de química analítica e instrumental de tal manera que este sepa lo que ocurre durante las mediciones y tenga un criterio más amplio de interpretación de los resultados. De lo contrario se esperaría que sea asesorado por personas que cuenten con ese conocimiento para una realizar una buena práctica.
- El muestreo de aguas debe hacerse en base a métodos conocidos según sea el caso. Es importante que las muestras reflejen datos confiables por lo que es necesario que éstas sean representativas del lugar de donde se extraen.

- Debido a ciertas limitaciones que se fueron presentando durante el desarrollo del trabajo experimental, algunas pruebas no pudieron llevarse a cabo, la falta de reactivos fue la causa principal, por lo que quedarán referidas como parte del manual práctico y se harán listado de requisitos a cumplir para futuras investigaciones como sugerencia para incluir en presupuestos posteriores para futuras adquisiciones que hagan la Planta Piloto y el Laboratorio de Geotermia de la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, instalaciones más completas para el análisis fisicoquímico de aguas que proporcione mayor cantidad de ensayos.

- Parámetro de fosfatos. Método cloruro estañoso – Método colorimétrico (Práctica I11): Cloruro Estañoso ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- Parámetro manganeso. Método persulfato – Método colorimétrico (Práctica I16): Manganeso metálico (Mn)
- Parámetro amoníaco. Método colorimétrico (Práctica I23): Fenol líquido ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) [durante el desarrollo de la parte experimental se agotó antes de poder utilizarse, ya que se comparten estos reactivos con los demás estudiantes y docentes, no se podía realizar la compra debido a que se tiene como reactivo prohibido], Hipoclorito de sodio (NaClO)
- Parámetro nitritos. Método colorimétrico (Práctica I25): sulfanilamida ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$)
- Parámetro sulfuro. Método potenciométrico (Práctica A11): Electrodo indicador de plata/sulfuro. Electrodo de referencia plata/cloruro de plata
- Parámetro sulfuro. Método yodométrico - Método volumétrico (Práctica I18): Almidón ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$)_n
- Parámetro fluoruros. Método electrodo ion selectivo - Método potenciométrico (Práctica I24): Solución de relleno del electrodo de ion selectivo de fluoruro.
- Parámetro oxígeno disuelto. Método yodométrico (Método Winkler) - Método volumétrico (Práctica A12): Almidón ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$)_n, Yoduro de mercurio (HgI_2).

- Parámetro DQO. Método del dicromato - Método volumétrico (Práctica A13): Ferroína ($C_{36}H_{24}FeN_6O_4S$), Sulfato de Plata (Ag_2SO_4).
- Parámetro demanda bioquímica de oxígeno. Método DBO5 - Método Electrométrico (Práctica I26): Incubadora de aire. 2-cloro-6-(triclorometilo) piridina ($C_6H_3Cl_4N$), ácido glutámico ($C_5H_9NO_4$).

- El laboratorio de Geotermia de la FIA-UES posee equipos que no sólo pueden ser utilizados para análisis de aguas, sino también para gases y sólidos, sin embargo no es una instalación adecuada para su almacenamiento. Tiene muchas limitantes, no cuenta con una ventilación y temperatura apropiada, por las ventanas se cuelan partículas de polvo dañinas a los equipos y a los usuarios aun manteniéndose cerradas, no tiene acceso a agua potable directa ni descarte de desechos. Se sugiere una instalación de aire acondicionado que reduzca la temperatura ambiente debido a que los equipos deben mantenerse a temperaturas menores a $10^{\circ}C$, al mismo tiempo permitirá que circule el aire del lugar. También que se pudiera instalar un lavamanos pequeño para limpieza de equipo y de los usuarios, aun teniendo acceso a la Planta Piloto, es bastante inconveniente salir de la habitación constantemente, evitando también que salgan y entren más contaminantes.

- Es necesario a nivel de la Planta Piloto y del laboratorio de Geotermia de la FIA-UES la instalación de una ducha de seguridad en caso de accidente, además de rotular con medidas de seguridad toda la instalación.

- La validación estadística que comprobara cada método que se estaba utilizando, no pudo calcularse, debido a que se requiere de cierta cantidad de mediciones que estuvo limitada por la cantidad de reactivos disponible. Se podría hacer esa estimación si se recolectaran los valores obtenidos de varios grupos partícipes de una misma práctica de laboratorio.

BIBLIOGRAFÍA

Acebo González, D. & Hernández García, A.T. (2013). Los métodos turbidimétricos y sus aplicaciones en las ciencias de la vida. *Revista CENIC*. 44 (1). Recuperado de: <http://revista.cnic.edu.cu/revistaCB/articulos/los-m%C3%A9todos-turbidim%C3%A9tricos-y-sus-aplicaciones-en-las-ciencias-de-la-vida>

Administración Nacional de Acueductos y Alcantarillados. (2010). *Control de calidad del agua*. Recuperado el 24 de marzo de 2014, de: http://www.anda.gob.sv/index.php?option=com_content&view=article&id=355&Itemid=267

Análisis volumétricos. (2011, Agosto 31). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad de Murcia. Recuperado el 1 de marzo de 2014 de: <http://ocw.um.es/ciencias/analisis-quimico/material-de-clase-1/tema-4.pdf>

AOAC International (2012). AOAC International Methods Committee Guidelines for Validation of Microbiological Methods for Food and Environmental Surfaces. Recuperado el 20 de Agosto de 2014 de: http://www.aoac.org/imis15_prod/AOAC_Member/ANews/NewArc.aspx

CENSALUD. (2014). *Laboratorio de Microbiología de Alimentos, Agua y Medicamentos*. Recuperado el 22 de marzo de 2014, de: <http://www.censalud.ues.edu.sv/index.php/microbiologia-de-alimentos-agua-y-medicamentos>

CIAN. (2014). *Acerca del Centro de Investigaciones y Aplicaciones Nucleares*. Recuperado el 22 de marzo de 2014, de: <http://centronuclear.galeon.com/misyvis.html>

CONSOLIDER Tratamiento y Reutilización de Aguas Residuales para una Gestión Sostenible (TRAGUA). (Ed.) (2012). Protocolo de técnicas de muestreo y técnicas analíticas de

contaminantes emergentes y prioritarios. Recuperado el 20 de agosto de 2014 de:
<http://www.consolider-tragua.com/1280.htm>

Corona Ruiz, A. 2003. *Estudio de Factibilidad para implementación de un laboratorio industrial en la facultad de ingeniería de Universidad San Carlos*. (Trabajo de Graduación). Universidad San Carlos, Guatemala. Recuperado de:
http://www.academia.edu/1226278/ESTUDIO_DE_FACTIBILIDAD_PARA_IMPLMENTACION_DE_UN_LABORATORIO_INDUSTRIAL_EN_LA_FACULTAD_DE_INGENIERIA_DE_UNIVERSIDAD_DE_SAN_CARLOS

Crubellati, R.O. & Di Risio, C.D. (Ed.). (2009). Aspectos prácticos para el control de calidad en el laboratorio. (1ra ed.) Buenos Aires: Ciencia y Tecnología para el Desarrollo.

D.E. NO. 39, publicado en el Diario Oficial N°101, Tomo N° 347, 2000

D.E. NO. 50, publicado en el Diario Oficial N°191, Tomo N° 297, del 16 de octubre de 1987

Diario La Página. (2013, Junio 2). Contaminación por pesticidas provoca graves enfermedades en San Luis Talpa. *Diario La página*. Recuperado el 5 de marzo de 2014, de:
<http://www.lapagina.com.sv/nacionales/82417/2013/06/02/Contaminacion-por-pesticidas-provoca-graves-enfermedades-en-San-Luis-Talpa>.

Díaz y Compañía Ltda. (2008). Espectrofotómetro UV-VIS UV1800. Equilab. Recuperado el 07-08-2014, de Equilab Sitio web:
http://www.equilab.cl/es/pdf/destacados/shimadzu_uv1800_w.pdf

Dirección Nacional de Medio Ambiente - Ministerio de Vivienda, Ordenamiento Territorial y Medio Ambiente. (1996). *Manual de procedimientos analíticos para aguas y efluentes*. Laboratorio de DINAMA.

Dueñas, H. (2012, marzo 19). Agua contaminada en zonas de cultivo. *Diario El Mundo*. Recuperado el 5 de marzo de 2014 de <http://elmundo.com.sv/agua-contaminada-en-zonas-de-cultivo>

Electrodos selectivos de iones (2004, Marzo 23). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad de Huelva. Recuperado el 14 de agosto de 2014 de: <http://www.frsf.utn.edu.ar/>

Equilibrios y volumetrías de complejación (2012, Febrero 13). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad de Murcia. Recuperado el 26 de marzo de 2014 de: <http://ocw.um.es/ciencias/analisis-quimico/material-de-clase-1/tema-6.pdf>

Equilibrios y volumetrías de precipitación (2011, Septiembre 08). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad de Murcia. Recuperado el 26 de marzo de 2014 de: <http://ocw.um.es/ciencias/analisis-quimico/material-de-clase-1/tema-7.pdf>

Espectrofotometría. (2011, Septiembre 26). OCW de la Universidad de Valencia. Recuperado el 27 de febrero de 2014 de: <http://ocw.uv.es/ocw-formacio-permanent/1.espectrofotometria.pdf>.

Espectrofotometría de Absorción Ultravioleta-Visible. (2009, Marzo 9). OCW de la Universidad de Salamanca. Recuperado el 1 de abril de 2014 de: http://ocw.usal.es/ciencias-experimentales/analisis-aplicado-a-la-ingenieria-quimica/contenidos/course_files/Tema_3.pdf#page=24&zoom=auto,0,446

Hanna Instruments. (2000). HI 9828 medidor multiparamétrico. 02-08-2014, de Hanna Sitio web: http://www.interempresas.net/FeriaVirtual/Catalogos_y_documentos/80712/CATALOGO_HI_9828_CON_GPS.pdf

Hanna Instruments. (2008). Instruction Manual HI 9828 Multiparameter. 07-09-2014, de Hanna Sitio web: http://ecoenvironmental.com.au/files/manHI_9828.pdf

Hanna Instruments. (2010). Hanna Instruments Aseguramos la calidad. 02-04-2014, de Hanna Arg Sitio web: http://www.hannaarg.com/folletos/manual_de_mant_piscinas_08.pdf

Hanna Instruments. (2005). Manual de Instrucciones HI98129 MEDIDOR DE PH, EC/TDS & TEMPERATURA RESISTENTE AL AGUA. 05-05-2014, de Hanna Inst Sitio web: www.hannaint.es

Ley de riego y avenamiento. Decreto 153. Diario Oficial N° 213. Tomo N° 229 (última actualización 2012)

Métodos potenciométricos. (2009, Marzo 9). OCW-USAL. Recuperado el 26 de mayo de 2014 de:

http://ocw.usal.es/ciencias-experimentales/analisis-aplicado-a-la-ingenieria-quimica/contenidos/course_files/Tema_8.pdf

Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales. (2000). Reglamento especial de aguas residuales. Decreto 39. Recuperado el 4 de abril de 2014 de:

http://www.marn.gob.sv/index.php?option=com_phocadownload&view=file&id=229:reglamento-especial-de-aguas-residuales&Itemid=255

Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales (2002). *Encuesta de Evaluación de Capacidad Instalada en Laboratorios de Análisis de Calidad de Agua*. San Salvador

Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales (2010). *Calidad del agua en los ríos de EL Salvador, 2010*. Documento de Gobierno. San Salvador, El Salvador, Centro América. “El agua y el saneamiento en El Salvador”. Recuperado el 5 de marzo del 2014, de <http://www.fondodelagua.aecid.es/es/fcas/donde-trabaja/paises/el-salvador.html>

Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales. (2012). *MARN presenta cuaderno educativo: La intoxicación y contaminación por plomo*. Recuperado el 5 de marzo de 2014, de:

http://www.marn.gob.sv/index.php?option=com_content&view=article&id=1594%20marn-presenta-cuaderno-educativo-la-intoxicacion-y-contaminacion-por-plomo-&catid=1%20noticias-ciudadano&Itemid=77.

Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales. (2013). En marcha recuperación de Laguna de Metapán. Recuperado el 5 de marzo de 2014, de:

http://www.marn.gob.sv/index.php?option=com_content&view=article&catid=1:noticias-ciudadano&id=1686:en-marcha-recuperacion-de-laguna-de-metapan&Itemid=227

Ministerio de Salud. (2014). Vigilancia de Aguas Superficiales y Vibrio Cólera. Recuperado el 4 de abril de 2014, de: <http://usam.salud.gob.sv/index.php/novedades/noticias/noticias-empresas/543>.

Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización).

Oakton instruments - Catálogo Electroquímica y Temperatura. (2009). Oakton Sitio Web: <http://www.equipar.com.mx/web2012/wp-content/uploads/2012/10/Catalogo-2010.pdf>

Organismo Salvadoreño de Acreditación. (2012). Criterios de acreditación de laboratorios. Recuperado el 25 de febrero de 2014 de: http://www.osa.gob.sv/index.php?option=com_jdownloads&Itemid=214&view=viewcategory&catid=1

Química del agua. (2010). Ecured. Recuperado el 15 de agosto de 2014 de: <http://www.ecured.cu/index.php/Agua>

Rivas, G. (2010, diciembre 29). Buscan quitar contaminación de los cinco sitios Ramsar. La Prensa Gráfica. Recuperado el 5 de marzo de 2014 de <http://www.laprensagrafica.com/el-salvador/social/161511-buscan-quitar-contaminacion-de-los-cinco-sitios-ramsar>

Secretaría General - Universidad de El Salvador, Centroamérica. (2014). Facultad de Química y Farmacia. Recuperado el 22 de marzo de 2014, de: http://secretariageneral.ues.edu.sv/index.php?option=com_content&view=article&id=61&Itemid=103.

Secretaría General - Universidad de El Salvador, Centroamérica. (2014). Facultad de Ciencias Agronómicas. Recuperado el 22 de marzo de 2014, de: http://secretariageneral.ues.edu.sv/index.php?option=com_content&view=article&id=31&Itemid=70.

- Serrano, I. (2012, marzo 20). El Salvador cuenta sólo con el 12% del agua con calidad buena. Diario La página. Recuperado el 5 de marzo de 2014, de:
<http://www.lapagina.com.sv/nacionales/64083/2012/03/20/El-Salvador-cuenta-solo-con-el-12-del-agua-con-calidad-%E2%80%9Cbuen%E2%80%9D>
- Situación del Agua en El Salvador. (2010). Red bibliotecaria Matías, Universidad Dr. José Matías Delgado. Recuperado el 09 de agosto de 2014 de:
<http://webquery.ujmd.edu.sv/siab/bvirtual/Fulltext/ADCE0000546/Capitulo%201.pdf>
- Skoog, D., West, D., & S.R, H. F. (2005). Fundamentos de Química Analítica. (Octava ed., pág. 317). México D.F: Thompson Learning
- Thermo Scientific. (2012). Thermo Scientific Orion catálogo de productos de laboratorio • pH • ISE • Oxígeno Disuelto • Conductividad • Colorimetría • Turbidez. 07-06-2014, de Thermo Scientific Orion® Sitio web:
<http://www.laboaragon.com/docs/marcas/orion/Orion%20Catalogo%20General.pdf>
- Torres, F. (2010, mayo 29). Río Grande la cloaca de San Miguel. *El Diario de Hoy*. Recuperado el 5 de marzo de 2014 de:
http://www.elsalvador.com/mwedh/nota/nota_completa.asp?idCat=6375&idArt=4831082
- Volumetría de neutralización (s.d) (2005, Marzo 07). Portal de contenidos y cursos abiertos y gratuitos de la Universidad Tecnológica Nacional, Santa Fe. Recuperado el 14 de agosto de 2014 de: <http://www.frsf.utn.edu.ar/>
- Vernier Software & Technology, LLC (2007). LabQuest Quick-Start Guide. Recuperado el 06 de mayo de 2014, de Vernier Sitio web:
http://www.vernier.com/files/manuals/labquest_quickstart_guide.pdf

ACRÓNIMOS

ANDA	Administración Nacional de Acueductos y Alcantarillados
CENSALUD	Centro de Investigación y Desarrollo en Salud
CIAN	Centro de Investigaciones y Aplicaciones Nucleares
DBO	Demanda Biológica de Oxígeno
DQO	Demanda Química de Oxígeno
EIQA	Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos
FIA/UES	Facultad de Ingeniería y Arquitectura/Universidad de El Salvador
MAG	Ministerio de Agricultura
MARN	Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales
MSPAS	Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social
OD	Oxígeno disuelto
OIEA	Organización de Internacional de Energía Atómica
OIRSA	Organismo Internacional Regional de Sanidad Agropecuario
OMS	Organización Mundial de la Salud

ONG's	Organizaciones No Gubernamentales
OSA	Organismo Salvadoreño de Acreditación
TAC	Tomografía Axial Computarizada
UV-VIS	Ultravioleta Visible
IR	Infrarrojo

GLOSARIO DE TÉRMINOS

Absorbancia: Cuando un haz de luz incide sobre un cuerpo traslúcido, una parte de esta luz es absorbida por el cuerpo, y el haz de luz restante atraviesa dicho cuerpo. A mayor cantidad de luz absorbida, mayor será la absorbancia del cuerpo, y menor cantidad de luz será transmitida por dicho cuerpo.

Agua cruda: Agua tomada de un cuerpo de aguas (para el caso quebrada aguas claras) y que en ese momento no se tiene categorizada como apta para el consumo humano.

Agua dura: Agua que contiene un gran número de iones positivos. La dureza está determinada por el número de átomos de calcio y magnesio presentes.

Agua potable: agua que por reunir los requisitos organolépticos, físicos, químicos y microbiológicos, en las condiciones señaladas en la Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, puede ser consumida por la población humana sin producir efectos adversos para la salud.

Agua tratada: Agua que después de pasar por varios procesos se cambia su estado de cruda agua apta para el consumo humano previo cumplimiento de parámetros establecidos de ley.

Aguas residuales: Agua o desecho líquido que después de ser utilizada por los usuarios adquiere la característica de residuo.

Agua subterránea: Agua que puede ser encontrada en la zona saturada del suelo; zona que consiste principalmente en agua. Se mueve lentamente desde lugares con alta elevación y presión hacia lugares de baja elevación y presión, como los ríos y lagos.

Agua superficial: Toda agua natural abierta a la atmósfera, concerniente a ríos, lagos, reservorios, charcas, corrientes, océanos, mares, estuarios y humedales.

Análisis básicos: es el procedimiento que se efectúa para determinar turbiedad, color aparente, pH, cloro residual libre o residual desinfectante usado, coniformes totales y escherichia coli.

Análisis físico y químico del agua: son aquellos procedimientos de laboratorio que se efectúan a una muestra de agua para evaluar sus características físicas, químicas o ambas.

Análisis microbiológico del agua: son los procedimientos de laboratorio que se efectúan a una muestra para consumo.

Análisis organoléptico: se refiere a olor, sabor y percepción visual de sustancias y materiales flotantes y/o suspendidos en el agua.

Analito: es un componente (elemento, compuesto o ion) de interés analítico de una muestra. Es una especie química cuya presencia o contenido se desea conocer, identificable y cuantificable, mediante un proceso de medición química

Anión: Los iones cargados negativamente, producidos por haber más electrones que protones.

Blanco: Agua reactivo o matriz equivalente a la que no se le aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.

Bicarbonatos: Sal que contiene el anión HCO_3^- . Cuando se agrega un ácido, el ion se rompe transformándose en H_2O y CO_2 , y actúa como agente tampón.

Carbonatos: Compuestos químicos relacionadas con el dióxido de carbono.

Captación: Acción da apropiarse de aguas crudas o residuales en alguno de los casos con permisos para ello.

Cationes: Iones cargados positivamente, consecuencia de una pérdida de electrones.

Cloro residual libre: es aquella porción que queda en el agua después de un periodo de contacto definido, que reacciona química y biológicamente como ácido hipocloroso o como ion hipoclorito.

Colorímetro: Son aquellos aparatos en los que la longitud de onda con la que se trabaja se selecciona por medio de filtros ópticos

Dilución: Es el bajar la concentración de una solución, mediante la adición de más solvente.

Efluente: La salida o flujos salientes de cualquier sistema que despacha flujos de agua, a un tanque de oxidación, a un tanque para un proceso de depuración biológica del agua, etc. Este es el agua producto dada por el sistema.

Espectrofotometría de absorción ultravioleta-visible (UV/V): Se basa en la absorción de radiación por la materia en el rango de longitudes de onda comprendido entre el ultravioleta cercano y el infrarrojo cercano (180-1100 nm). Cuando una especie química absorbe radiación pasa a un estado excitado que posteriormente elimina ese exceso de energía en forma de calor.

Filtración: Separación de sólidos y líquidos usando una sustancia porosa que solo permite pasar al líquido a través de él.

Indicador: Cualquier entidad biológica o proceso, o comunidad cuyas características muestren la presencia de las condiciones ambientales específicas o contaminación.

Inoculación: Proceso de aplicación de bacterias que ayudan a acelerar el proceso de descomposición del residuo orgánico

Longitud de onda: Es una magnitud física que describe la distancia entre dos puntos consecutivos de una onda sinusoidal que poseen la misma fase.

Mensurando: es una magnitud, la cantidad del objeto de medida; es decir, la concentración de analito, la porción que se somete a cuantificación, previa comparación con un patrón que aporta la información requerida.

Método colorimétrico: Las técnicas colorimétricas se basan en la medida de la absorción de radiación en la zona visible por sustancias coloreadas. Utiliza filtros ópticos en sus mediciones.

Muestra: constituye una parte representativa del objeto, tomada en el espacio y el tiempo. Debe contener la(s) (alícuota) s de interés. Es lo que realmente se somete al proceso analítico.

Neutralización: La adición de sustancias para neutralizar el agua, tal que no sea ácida ni tampoco básica. Neutralización no significa especialmente pH de 7.0, solamente significa el punto de equivalencia de una reacción ácido-base.

Nitrificación: Proceso biológico, durante el cual bacterias nitrificantes convierten el amoníaco tóxico en nitrato para disminuir su efecto dañino. Esto es comúnmente utilizado para eliminar sustancias de nitrógeno de las aguas residuales, pero en lagos y en pantanos esto ocurre de forma natural.

Potenciador: La habilidad de una sustancia química para incrementar el efecto químico de otra.

Pozo: Hoyo profundo con el objetivo de alcanzar agua subterránea para suministros.

Precipitado: Producto insoluble de una reacción química en un medio acuoso.

Ortofosfatos: La forma más significativa de fósforo inorgánico en agua son los ortofosfatos (Con el prefijo de "orto" se suelen denominar los ácidos más hidratados). Contienen el anión PO_4^{3-} . Los ortofosfatos se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza, sobre todo en forma de apatita.

Partes por millón: Expresado como ppm; medida de la concentración. Un ppm es una unidad de peso de soluto por peso de solución. En análisis de agua un ppm es equivalente a mg/l.

Parámetro: Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua

Salinidad: La presencia de minerales solubles en el agua.

Sedimentos: Suelo, arena, y minerales lavados desde el suelo hacia la tierra generalmente después de la lluvia.

Sistema de abastecimiento de agua: La colección, tratamiento, almacenaje, y distribución de un agua desde su fuente hasta los consumidores.

Sistema de agua público: Un sistema que provee agua por tubería para consumo humano para al menos 15 servicios conectados o 25 servicios regulares individuales.

Sistema de aguas residuales: Todo el sistema de recolección de aguas residuales, tratamiento, y traspaso.

Sistema de alcantarillado: Tuberías que colectan y transportan aguas residuales desde fuentes individuales hasta una alcantarilla mayor que la transportará a continuación hacia una planta de tratamiento.

Solución Stock: O solución madre es una solución concentrada que se diluye a alguna concentración inferior para el uso real. Las soluciones madre se utilizan para ahorrar tiempo de preparación, la conservación de materiales, reducir el espacio de almacenamiento, y mejorar la precisión con la que se preparan las soluciones de menor concentración de trabajo

Soluto: Materia disuelta en un líquido, como el agua.

Solvente: Sustancia (usualmente líquida) capaz de disolver una o más sustancias.

UV: Ultra Violeta. Radiación que contiene una longitud de onda menor que la luz visible. Es a menudo usada para matar bacterias y romper el ozono.

ANEXOS

Anexo 1: Parámetros para procesos industriales

Tabla A.1.18:

Valores máximos de parámetros de aguas residuales de tipo ordinario, para descarga de un cuerpo receptor

Actividad	DQO (mg/l)	DBO ₅ (mg/l)	Sólidos sedimentables (ml/l)	Sólidos Suspendidos Totales (mg/l)	Aceites y grasas (mg/l)
Aguas residuales de tipo ordinario	150	60	1	60	20

Fuente. Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.49.01:06, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología

Tabla A.1.19:

Valores máximos permisibles de parámetros para verter aguas residuales de tipo especial al cuerpo receptor por tipo de actividad.

Actividad	DQO (mg/l)	DBO ₅ (mg/l)	Sólidos sedimentables (ml/l)	Sólidos Suspendidos Totales (mg/l)	Aceites y grasas (mg/l)
I. ANIMALES VIVOS Y PRODUCTOS DEL REINO ANIMAL					
1.Produccion agropecuaria	800	300	15	150	50
2.Matanza de Ganado y preparación y conservación de carnes	400	200	15	125	50
3. Procesamiento de camarón, mariscos en forma congelada.	750	250	15	350	130
4.Enlatados de mariscos y fabricación de sus harinas	300	150	15	100	50
5.Productos Avícolas	800	300	15	150	50
6.Porcicultura	1800 ²⁾	300	15	150	50
II. PRODUCTOS DEL REINO VEGETAL					
1.Producto de molinería	400	200	15	200	50

Actividad	DQO (mg/l)	DBO₅ (mg/l)	Sólidos sedimentables (ml/l)	Sólidos Suspendidos Totales (mg/l)	Aceites y grasas (mg/l)
2.Beneficiado del café	2500 ²⁾	2000 ²⁾	40	1000	300
3.Fabricacion de productos de panadería	250	200	15	70	100
4.Fabricas y refinerías de azúcar	600	400	30	150	30
5. Fabricación de cacao, chocolate y artículos de confitería.	400	250	15	150	100
6.Elaboracion de alimentos preparados para animales	250	60	15	100	50
7.Industria del tabaco	100	60	15	60	20
III. GRASAS Y ACEITES ANIMALES Y VEGETALES					
1.Extractoras de aceites y grasas	700	400	15	150	200
2.Refinedora de aceites y grasa	300	150	15	100	200
IV. PRODUCTOS DE LA INDUSTRIA ALIMETARIA, BEBIDAS, LIQUIDOS ALCOHOLICOS, TABACO Y SUCEDANEOS					
1.Fabricacion de productos lácteos	900	600	75	300	75
2.Envasado y conservación de frutas y legumbres incluyendo a elaboración de jugos	400	150	15	150	45
3.Elaboracion de productos alimenticios diversos	400	150	15	150	45
4. Destilación, rectificación y mezclas de bebidas espirituosas.	3500	3000	15	1000	20
5.Bebidas malteadas y de malta	400	200	15	70	30
					30
6.Industrias de bebidas no alcohólicas y gaseosas	400	200	30	100	
V. PRODUCTOS MINERALES					
1.Extraccion de minerales no ferrosos	100	60	15	100	20

Actividad	DQO (mg/l)	DBO₅ (mg/l)	Sólidos sedimentables (ml/l)	Sólidos Suspendidos Totales (mg/l)	Aceites y grasas (mg/l)
2.Fabricacion de objetos de barro, loza y porcelana	300	100	15	100	20
3.Fabricacion de vidrio y productos de vidrio	100	60	15	40	30
4.Fabricacion de productos minerales no metálicos	100	60	15	100	20
5.Industrias básicas de hierro y acero	200	60	10	30	30
6.Industrias básicas de metales no ferrosos	200	60	10	30	30

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.49.01:06, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología

¹) No estarán incluidas en esta actividad las ya expuestas en la tabla

2) Siempre y cuando el cuerpo receptor lo permita

Actividad	DQO (mg/l)	DBO₅ (mg/l)	Sólidos sedimentables (ml/l)	Sólidos Suspendidos Totales (mg/l)	Aceites y grasas (mg/l)
VI. PRODUCTOS DE LAS INDUSTRIAS QUIMICA					
1.Fabricacion de abonos	180	60	10	50	30
2.Fabricacion de resinas sintéticas, materias plásticas y fibras artificiales, excepto vidrio	500	250	15	100	20
3.Fabriacion de pinturas, barnices y lacas	300	100	15	100	30
4.Fabricacion de productos farmacéuticos y medicamentos	300	100	15	100	30
5.Fabricacion de jabones y preparados de limpieza, perfumes, cosméticos y otros productos de tocador	450	300	15	200	40
6.Refincion o fabricación de productos diversos derivados del petróleo y del carbón	600	200	30	200	30
7.Industria de llantas y cámaras	100	60	15	60	20

Actividad	DQO (mg/l)	DBO₅ (mg/l)	Sólidos sedimentables (ml/l)	Sólidos Suspendidos Totales (mg/l)	Aceites y grasas (mg/l)
8.Expendios de combustible	100	60	15	70	20
9.Lavado de vehículos	100	40	15	60	30
10.Lavanderías, tintorerías	300	100	15	100	30
11.Rellenos sanitarios y otras instalaciones de manejo de desechos	1500	500	15	200	20
12.Fabricacion de baterías	400	200	15	800	20
VII. MATERIAS PLASTICAS, CAUCHO Y SUS MANUFACTURAS					
1.Fabricacion de productos plásticos	100	50	15	60	30
VIII. PIELES, CUERO, TALABARTERIA Y PELETERIA					
1.Curtidurias y talleres de acabado	1500	850	15	150	50
IX. PASTAS DE MADERA, PAPEL Y CARTON, MANUFACTURAS Y APLICACIONES					
1.Fabricacion de pulpa de madera, papel y cartón	350	200	15	300	20
2.Fabricacion de envases y cajas de cartón	400	150	15	100	30
3.Fabricacion de envases y cajas de papel y cartón	400	150	15	100	30
X. MATERIALES TEXTILES Y SUS MANUFACTURAS					
1.Hilados, tejidos y acabados textiles	400	200	15	150	35
XI. CALZADO Y ARTICUOS ANALOGOS					
I. Fabricación de productos de cuero y artículos sucedáneos de cuero	180	60	15	60	30
XII. PERLA, PIEDRAS Y METALES PRECIOSOS					
I. Fabricación de joyas y artículos conexos	300	100	15	100	30

Actividad	DQO (mg/l)	DBO₅ (mg/l)	Sólidos sedimentables (ml/l)	Sólidos Suspendidos Totales (mg/l)	Aceites y grasas (mg/l)
XIII. METALES COMUNES Y SUS MANUFACTURAS					
1. Fabricación de cuchillería, herramientas manuales y artículos generales de ferretería	300	100	15	100	30
2. Fabricación de muebles y accesorios principalmente metálicos	300	100	15	100	30
3. Fabricación de productos metálicos estructurales.	300	100	15	100	30
4. Fabricación de productos metálicos exceptuando maquinaria y equipo.	300	100	15	100	30
XIV. MAQUINARIA Y APARATOS, MATERIAL ELECTRICO Y MANTENIMIENTO					
1. Construcción de maquinaria para trabajar los metales y la madera	300	100	15	100	30
2. Construcción de materiales y equipo especiales para la industria, excepto la maquinaria para trabajar los metales y la madera	300	100	15	100	30
3. Construcción de máquinas y aparatos eléctricos industriales	300	100	15	100	30
4. Fabricación y reparación de automóviles, motocicletas.	300	100	15	100	30
5. Fabricación de equipos para diferentes usos.	300	100	15	100	30
6. Fabricación de instrumentos de música	300	100	15	100	30
7. Fabricación y ensamble de componentes eléctricos	300	100	15	100	30

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.49.01:06, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología.

Dependiendo del tipo de industria o actividad productiva, la caracterización del vertido deberá incluir, además de los análisis descritos en la tabla A.1.19, y otros parámetros de calidad para determinar y controlar la presencia de los contaminantes de las aguas residuales.

Tabla A.1.20:

Parámetros Complementarios sobre Valores Permisibles para Aguas Residuales descargadas a un cuerpo receptor.

Parámetros		Valores máximos Permisibles
Aluminio (Al)	mg/l	15
Arsénico (As)	mg/l	0,1
Bario total (Ba)	mg/l	15
Berilio (Be)	mg/l	0,5
Boro (B)	mg/l	1,5
Cadmio (Cd)	mg/l	0,1
Cianuro total (CN ⁻)	mg/l	0,5
Cinc (Zn)	mg/l	5
Cobalto (Co)	mg/l	0,05
Cobre (Cu)	mg/l	1
Coliformes fecales	NMP/100ml	2 000
Coliformes totales	NMP/100ml	10 000
Color		¹⁾
Compuestos fenólicos sintéticos	mg/l	0,5
Cromo hexavalente (Cr+6)	mg/l	0,1
Cromo total (Cr)	mg/l	1
Detergentes (SAAM)	mg/l	10
Fluoruros (F ⁻)	mg/l	5
Fósforo total (P)	mg/l	15
Organofluorina	mg/l	0,1
Fosfatina	mg/l	0,1
Benzimidazol	mg/l	0,1
Piretroides	mg/l	0,1
Bipiridilos	mg/l	0,1
Fenoxi	mg/l	0,1
Triazina	mg/l	0,1
Fosfónico	mg/l	0,1
Hierro total (Fe)	mg/l	10
Litio (Li)	mg/l	2

¹⁾ efluente líquido no deberá incrementar color visible al cuerpo receptor

Continúa...

Continuación...

Tabla A.1.20:

Parámetros Complementarios sobre Valores Permisibles para Aguas Residuales descargadas a un cuerpo receptor.

Parámetros		Valores Máximos Permisible
Manganeso total (Mn)	mg/l	2
Materiales flotantes	mg/l	Ausentes
Mercurio (Hg)	mg/l	0,01
Molibdeno (Mo)	mg/l	0.1
Níquel (Ni)	mg/l	0,2
Nitrógeno total (N)	mg/l	50
Organoclorados	mg/l	0,05
Organofosforados y Carbamatos	mg/l	0,1
pH Unidades		5,5 – 9,0 ²⁾
Plata (Ag)	mg/l	0,2
Plomo (Pb)	mg/l	0,4
Selenio (Se)	mg/l	0,05
Sulfatos (SO ₄ -2)	mg/l	1000
Sustancias radiactivas	-	0
Temperatura °C		20-35 °C ³⁾
Turbidez (Turbiedad)	NTU	⁴⁾
Vanadio (V)	mg/l	1

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.49.01:06, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología anexo A.

- 2) El valor de pH 5,5-9,0 aplica para descargas en aguas límnicas; definiéndose un valor de pH entre 6.0-9.5 para vertidos en aguas costero marinas.
- 3) En todo caso la temperatura del H₂O de descarga al cuerpo receptor no podrá alterar ± 5 °C, con respecto a la temperatura natural del cuerpo hídrico receptor.
- 4) No se incrementara en 5 Unidades la turbidez del cuerpo receptor.

Anexo 2: Parámetros norma NSO 13.07.01:08

Requisitos de calidad microbiológicos.

Tabla A.2.21:

Límites Máximos Permisibles para calidad microbiológica

Parámetro	Límite Máximo Permissible		
	Técnicas		
	Filtración por membranas	Tubos múltiples	Placa vertida
Bacterias coliformes totales	0 UFC/100 ml	<1.1 NMP/100 ml	---
Bacterias coliformes fecales o termotolerantes	0 UFC/100 ml	<1.1 NMP/100 ml	---
<i>Escherichia coli</i>	0 UFC/100 ml	<1.1 NMP/100 ml	---
Conteo de bacterias heterótrofas y aerobias mesófilas	100 UFC/100 ml	---	100 UFC/100 ml
Organismos patógenos	Ausencia	Ausencia	Ausencia

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

Cuando en una muestra se presentan organismos coliformes totales fuera de la Norma, según la tabla A.2.21, se deben aplicar medidas correctivas y se deben tomar inmediatamente muestras diarias del mismo punto de muestreo y se les debe examinar hasta que los resultados que se obtengan, cuando menos en dos muestras consecutivas demuestren que el agua es de una calidad que reúne los requisitos exigidos por la Tabla A.2.21.

Requisitos de calidad físico-químicos

Tabla A.1.22:

Límites permisibles de características físicas y organolépticas

Parámetro	Unidad	Límite Máximo Permissible
Color Verdadero	(Pt-Co)	15
Olor	-	No rechazable
pH	-	8.5 ¹⁾
Sabor	-	No rechazable
Sólidos totales disueltos	mg/l	1000 ²⁾
Turbidez	UNT	5 ³⁾
Temperatura	°C	No rechazable

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

- 1) Límite mínimo permisible 6.0 Unidades
- 2) Por las condiciones propias del país.
- 3) Para el agua tratada en la salida de planta de tratamiento de aguas superficiales, el límite máximo permisible es 1.

Tabla A.1.23:

Valores para Sustancias Químicas

Parámetro	Límite Máximo Permisible mg/l
Aluminio	0.2
Antimonio	0.006
Cobre	1.3
Dureza total como CaCO ₃	500
Fluoruros	1
Plata	0.07
Sodio	200
Sulfato	400
Zinc	5
Hierro Total	0.3 ¹⁾
Manganeso	0.1 ¹⁾

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

1) Cuando los valores de hierro y manganeso superen el límite máximo permisible establecido en esta norma y no sobrepasen los valores máximos sanitariamente aceptables de 2,0 mg/l para el hierro y de 0,5 mg/l para el manganeso, se permitirá el uso de quelantes para evitar los problemas estéticos de color, turbidez y sabor que se generan.

Tabla A.1.24:

Valores para sustancias químicas de tipo inorgánico

Parámetro	Límite Máximo permisible ¹⁾ mg/l
Arsénico	0.01
Bario	0.7
Boro	0.3
Cadmio	0.003
Cianuros	0.05
Cromo (⁺⁶)	0.05
Mercurio	0.001
Níquel	0.02

Parámetro	Límite Máximo permisible ¹⁾ mg/l
Nitrato (NO ₃) ¹⁾	45
Nitrito (medido como Nitrógeno) ¹⁾	1
Molibdeno	0.07
Plomo	0.01
Selenio	0.01

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

1) Dado que los nitratos y los nitritos pueden estar simultáneamente presentes en el agua de bebida, la suma de las razones de cada uno de ellos y su respectivo límite máximo permisible no debe superar la unidad, es decir

$$\frac{NO_3}{LMP.NO_3} + \frac{NO_2}{LMP.NO_2} \leq 1$$

Tabla A.1.25:

Valores para sustancias químicas orgánicas de riesgo para la salud

Parámetro	Límite Máximo Permisible (µg/l)
Aceites y grasas	Ausencia
Benceno	10
Tetracloruro de carbono	4
2 etilxil eftalato	8
1,2-diclorobenceno	1000
1,4-diclorobenceno	300
1,2-dicloroetano	4
1,1 dicloroetano	30
1,2 dicloroetano	50
diclorometano	20
1,4 dioxano	50
Ácido edético (EDTA)	600
etilbenceno	300
hexaclorobutadieno	0.6
Ácido Nitrilo Triacético (NTA)	200
Pentaclorofenol	9
Estireno	20
Tetracloroetano	40
Tolueno	700
Tricloroetano	70
Xilenos	500

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

Tabla A.1.25:

Valores para residuos de plaguicidas

Parámetro	Límite Máximo Permissible (µg/l)
Alaclor	20
Aldicarb	10
Aldrin/dieldrin	0.03
Atrazine	2
Carbofuran	7
Clordane	0.2
Clorotoluron	30
Cyanazine	0.6
2,4 D (ácido diclorofenoacético)	30
2,4 DB (4-(2,4-diclorofenoxy) butírico ácido)	90
1,4 – Dibromo – 3 - cloropropano	1
1,2 - Dibromometano	15
1,2 – Dicloropropano (1,2 – DCP)	40
1,3 - Dicloropropeno	20
Dicloropropeno	100
Dimetoateo	6
Endrin	0.6
Fenoprop	9
Hexaclorobenceno	1
Isoproturon	9
Lindano	0.3
MCPA (4-cloro-2-metilfenoxi) Ácido acético	2
Mecoprop	10
Metoxycoloro	20
Metolacoloro	10
Molinato	6
Pendimetalin	20
Pentaclorofenol	9
Simazine	2
2,4,5 - T ácido acético (2,4,5 – triclorofenoxi)	9
Terbutilazina	7
Trifluralín	20

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

Tabla A.1.26:

Valores para desinfectantes y subproductos de la desinfección

Parámetro	Límite Máximo Permissible (µg/l)
Bromato	10
Bromodiclorometano	60
Bromoformo	100
Hidrato de coral (tricloroacetaldehído)	10
Clorato	700
Clorito	700
Cloroformo	200
Cloruro de cianógeno	70

Parámetro	Límite Máximo Permissible (µg/l)
Dibromoacetoniitrilo	70
Dibromoclorometano	100
Dicloroacético	40
Dicloroacetoniitrilo	20
Formaldehido	900
Monocloroacetato	20
Tricloroacético	200
2,4,6 - Triclorofenol	200
Trihalometano totales	100

La sumatoria de la relación de la concentración con sus valores máximos admisibles no debe de exceder a $1 \sum C/LMP \leq 1$

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

Tabla A.1.27:

Valores para cloro residual

Parámetro	Límite Máximo Permissible (mg/l) ¹⁾
Cloro residual libre	1.1

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

1) Mínimo: 0.3 mg/l para condiciones en las que no hayan brotes de enfermedades por consumo de agua contaminada

Tabla A.1.28:

Límites de los parámetros radioactivos para el agua potable (Radionúclidos)

Parámetro	Límite Máximo Permissible
Alpha Global	15 (pCi/L) ¹⁾ equivalente a dosis anual
Actividad partícula beta y fotones	4 (mrem ²⁾ /año) equivalente a dosis anual
Radio 226 y 228	5 (pCi/L) ¹⁾ equivalente a dosis anual
Uranio	30 µg/l

Nota. Fuente: Norma Agua Potable, NSO 13.07.01:08, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, (Segunda Actualización)

1) (pCi/l) = picocuries/l

2) mrem = milirem

Anexo 3: Material práctico

Para realizar la parte experimental, se investigaron y desarrollaron una serie de metodologías de análisis fisicoquímico de aguas, que debido a su extensión, se compiló en un manual práctico anexo a este documento con base a la bibliografía y la experiencia de los participantes de este trabajo que facilite la aplicación dentro del laboratorio de geotermia y la Planta Piloto de la FIA-UES. A continuación se lista el contenido del manual anexo:

- Manual de Procedimientos Analíticos e Instrumentales para Agua y Efluentes. Este contiene las metodologías de análisis fisicoquímico de aguas con formato de práctica de laboratorio listo para implementarse.

- Como anexos digitales del manual de procedimientos se encuentran guías de los equipos que fueron utilizados en la parte experimental con base a los manuales de los fabricantes:

- Guía del usuario para Electrodo selectivo celda de conductividad Thermo Orion A329, Sección II “Calibración Celda de conductividad
- Manual de instrucciones HI 98129 – HI 98130 Medidor de pH, EC/TDS & temperatura resistente al agua. HANNA Instruments. (2014).
- Thermo Fisher Scientific Inc. Guía de usuario electrodo selectivo de pH, Thermo Orion A329, México.
- Guía del usuario para Electrodo selectivo de potasio Thermo Orión A329, sección I “Calibración del instrumento”
- Guía de usuario electrodo selectivo de fluoruro, Thermo Orion A329

- Se realizaron memorias de uso de los equipos, anexadas al manual de prácticas con la descripción de pasos utilizando fotografías que ayuden a una mejor comprensión del procedimiento a seguir:

- Memoria de uso equipo de filtración al vacío
- Memoria de uso de espectrofotómetro de luz visible/ultravioleta uv-1800
- Memoria de uso del Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro, Hanna Instruments C102.

Anexo 4: Fotografías de lugares de muestreo
Muestras de agua potable

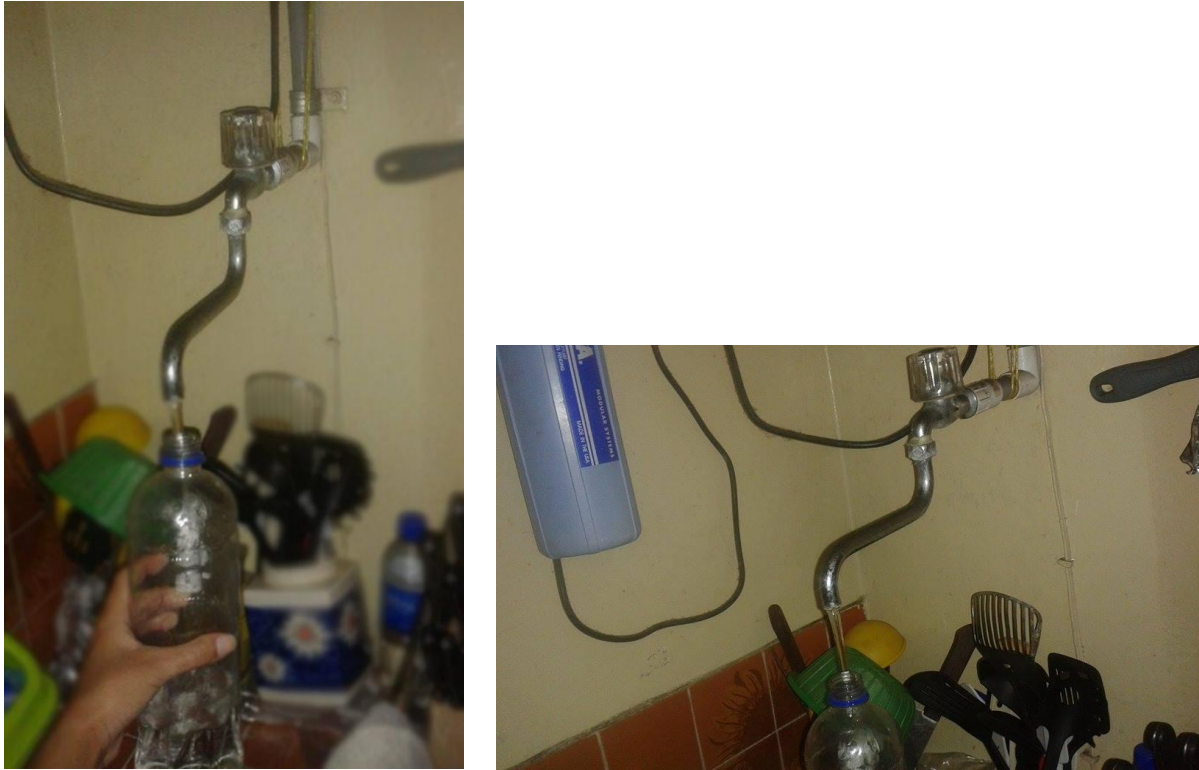


Fig. A4.1: Recolección de muestra de agua de filtro



Fig. A4.2: Recolección muestra de agua potable

Muestras de agua natural

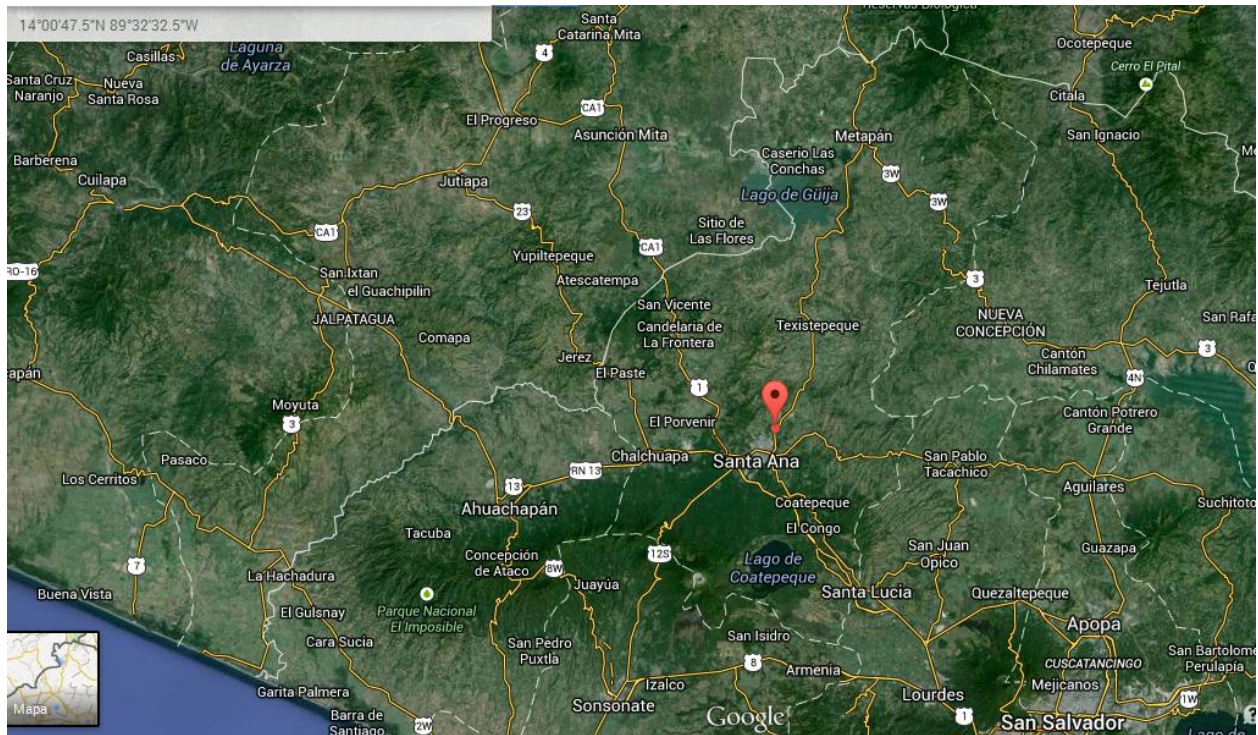


Fig. A4.3: Lugar de muestro de agua natural, departamento de Santa Ana



Fig. A4.4. Material de campo



Fig. A4.5.: Muestreo en pozos



Fig. A4.6: Muestreo en Río Suquiapa

Anexo 5: Manual de procedimientos analíticos e instrumentales para análisis fisicoquímicos en agua.

A continuación se presenta la recopilación de procedimientos analíticos e instrumentales para la realización de análisis fisicoquímicos en agua. Como se menciona en el documento presente, son las prácticas que han sido elaboradas con el fin que puedan ser utilizadas incluso en las asignaturas de la carrera de Ingeniería Química, con las cantidades adaptadas a los recursos de la Planta Piloto. Contienen introducción, objetivos, alcances, principio del método utilizado, las interferencias que puedan presentarse, las cantidades de reactivos y sustancias a utilizar, los materiales y equipos (si es necesario), las acciones previas respecto a las muestras a determinar, el procedimiento de determinación, las fórmulas de las concentraciones, mención de prácticas con las que se puede obtener el mismo parámetro (si la hay) y las referencias de la práctica. Además cuenta con un apartado de buenas prácticas de hábitos personales y de trabajo, el procedimiento de pesaje en balanza analítica y una proposición de gestión de desechos provenientes de las prácticas realizadas en el laboratorio.

En el capítulo 4 del presente documento, en la tabla 4-1, se encuentra la matriz de parámetros y métodos utilizados en el análisis fisicoquímico de aguas en base al orden y código con que se elaboró el manual para facilitar su consulta.



**MANUAL DE PROCEDIMIENTOS
ANALÍTICOS E INSTRUMENTALES
PARA ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS
EN AGUA.**

Universidad de El Salvador
Facultad de Ingeniería y Arquitectura.
Escuela de Ingeniería Química e
Ingeniería de Alimentos

AUTORIDADES.

Ing. Tania Torres Rivera

Directora de Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos.

REPOSABLE

Ing. Álvaro Josué Amaya Arévalo

RECOPIACIÓN ELABORACIÓN TÉCNICA Y EDICIÓN.

- Br. Carla María Elizabeth Aguirre Chavarría.
- Br. Enrique Octavio González Guidos.
- Br. Héctor Leonel Guerrero Granadeño

PRESENTACIÓN.

Este manual ha sido elaborado por los alumnos en proceso de graduación de la de la carrera de Ingeniería Química, de la facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de El Salvador.

Los métodos analíticos contenidos en el manual se basan en el American Public Health Association, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater y fueron desarrollados y adaptados por los profesionales del Laboratorio con la experiencia acumulada durante 10 años en la realización de análisis en calidad de aguas y efluentes.

Estas normativas técnicas han sido cuidadosamente seleccionadas teniendo en cuenta la necesidad de dar cumplimiento a las normas establecidas por dicho manual para el análisis de aguas y además ser referencia para los laboratorios involucrados en la protección del ambiente y en el control de la contaminación, en especial los laboratorios asignados a la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador.

El manual está dividido en cuatro secciones que corresponden a la determinación de parámetros fisicoquímicos, metales, constituyentes inorgánicos y orgánicos en aguas y efluentes, por medio de la aplicación de técnicas analíticas e instrumentales. En esta primera edición se presentan 39 normas técnicas identificadas por códigos de acuerdo al parámetro.

Este conjunto de normas técnicas es una contribución directa a la Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos de la Universidad de El Salvador. En este tema es esencial que los datos sean confiables y comparables para lo cual debe contarse con métodos analíticos probados, estandarizados y acordes al desarrollo tecnológico nacional.

Aspiramos a que este manual sea una herramienta útil para ayudar a futuros investigadores y docentes en la determinación y recopilación de datos que no solo contribuirán a la enseñanza como tal si no también a mantener y mejorar la calidad de nuestro ambiente. Agradecemos a todos aquellos profesionales dedicados al tema, que nos proporcionaron información y nos dieron orientación para poder desarrollar de una manera precisa todos y cada uno de los procedimientos plasmados en esta edición.

CONTENIDO.

SECCION I.

PROPIEDADES FISICAS.

Cód.		
A1	Dureza Total de agua. Método valoración complejométrica.	Pág. 1
A3	Solidos disueltos totales. Método gravimétrico.	Pág. 7
A4	Solidos suspendidos totales. Método gravimétrico	Pág. 11
A5	Solidos totales.	Pág. 14
I1	Turbidez. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102	Pág. 17
I2	Turbidez. Método LabQuest Vernier.	Pág. 22
I3	Conductividad. Método Thermo orion Scientific star A329	Pág. 27
I4	Conductividad. Método medidor HI98129	Pág. 33
I5	pH. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102	Pág. 38
I6	pH. Método Thermo Orion Scientific star A329	Pág. 44
I7	pH. Método medidor HI98129	Pág. 49
I8	Sólidos totales disueltos con HI98129	Pág. 53

SECCION II.

DETERMINACION DE METALES.

Cód.		
A9	Calcio. Método valoración complejométrica.	Pág. 59
A10	Níquel. Método Gravimétrico.	Pág. 64
I12	Potasio. Método Thermo orion Scientific star A329	Pág. 69
I13	Calcio. Método Thermo orion Scientific star A329	Pág. 76
I14	Hierro. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102	Pág. 83
I15	Hierro. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800	Pág. 88
I16	Manganeso. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800	Pág. 94

SECCION III.

DETERMINACION DE CONSTITUYENTE INORGANICOS NO- METALICOS

Cód.		
A2	Alcalinidad. Método valoración por neutralización.	Pág. 102
A8	Cloruros. Valoración por precipitación.	Pág. 107
A11	Sulfuro. Método yodométrico	Pág. 112
I9	Sulfatos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.	Pág. 115
I10	Fosfatos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.	Pág. 119
I11	Fosfatos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.	Pág. 124
I17	Nitratos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.	Pág. 130

Manual de laboratorio

I18	Sulfuro. Método Potenciométrico	Pág. 135
I20	Bromo. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102	Pág. 139
I21	Cloro libre. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102	Pág. 143
I21	Cloro Total. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102	Pág. 143
I22	Yodo. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102	Pág. 148
I23	Amoníaco. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.	Pág. 152
I24	Fluoruros. Método Thermo orion Scientific star A329	Pág. 157
I25	Nitritos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800	Pág. 162

SECCION IV.

DETERMINACION DE CONSTITUYENTE ORGANICO.

Cód.

A6	Acidez mineral. Método valoración por neutralización.	Pág. 169
A7	Residuo seco. Método gravimétrico.	Pág. 175
A12	Oxígeno disuelto. Método valoración yodométrica.	Pág. 178
A13	Demanda química de oxígeno. Método valoración por neutralización.	Pág. 183
I19	Oxígeno disuelto. Método LabQuest Vernier.	Pág. 188
I26	Demanda bioquímica de oxígeno. Método LabQuest Vernier.	Pág. 193

BUENAS PRÁCTICAS DENTRO DEL LABORATORIO Pág. 204

NORMAS Y PROCEDIMIENTO DE PESADA EN EL LABORATORIO Pág. 205

GESTIÓN DE LOS RESIDUOS Y DESECHOS PELIGROSOS GENERADOS DURANTE LOS ANÁLISIS DE PARÁMETROS FÍSICOQUÍMICOS EN AGUA EN EL LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA. Pág. 207

ANEXOS Pág. 215

FRASES R Y S

Frases R simples

- R1 Explosivo en estado seco.
- R2 Riesgo de explosión por choque, fricción, fuego u otras fuentes de ignición.
- R3 Alto riesgo de explosión por choque, fricción, fuego u otras fuentes de ignición.
- R4 Forma compuestos metálicos explosivos muy sensibles.
- R5 Peligro de explosión en caso de calentamiento.
- R6 Peligro de explosión, en contacto o sin contacto con el aire.
- R7 Puede provocar incendios.
- R8 Peligro de fuego en contacto con materias combustibles.
- R9 Peligro de explosión al mezclar con materias combustibles.
- R10 Inflamable.
- R11 Fácilmente inflamable.
- R12 Extremadamente inflamable.
- R14 Reacciona violentamente con el agua.
- R15 Reacciona con el agua liberando gases extremadamente inflamables.
- R16 Puede explosionar en mezcla con sustancias comburentes.
- R17 Se inflama espontáneamente en contacto con el aire.
- R18 Al usarlo pueden formarse mezclas aire-vapor explosivas/inflamables.
- R19 Puede formar peróxidos explosivos.
- R20 Nocivo por inhalación.
- R21 Nocivo en contacto con la piel.
- R22 Nocivo por ingestión.
- R23 Tóxico por inhalación.
- R24 Tóxico en contacto con la piel.
- R25 Tóxico por ingestión.
- R26 Muy tóxico por inhalación.
- R27 Muy tóxico en contacto con la piel.
- R28 Muy tóxico por ingestión.
- R29 En contacto con agua libera gases tóxicos.
- R30 Puede inflamarse fácilmente al usarlo.
- R31 En contacto con ácidos libera gases tóxicos.
- R32 En contacto con ácidos libera gases muy tóxicos.
- R33 Peligro de efectos acumulativos.
- R34 Provoca quemaduras.
- R35 Provoca quemaduras graves.
- R36 Irrita los ojos.
- R37 Irrita las vías respiratorias.
- R38 Irrita la piel.
- R39 Peligro de efectos irreversibles muy graves.
- R40 Posibles efectos cancerígenos
- R41 Riesgo de lesiones oculares graves.
- R42 Posibilidad de sensibilización por inhalación.
- R43 Posibilidad de sensibilización en contacto con la piel.

Manual de laboratorio

- R44 Riesgo de explosión al calentarlo en ambiente confinado.
- R45 Puede causar cáncer.
- R46 Puede causar alteraciones genéticas hereditarias.
- R48 Riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada.
- R49 Puede causar cáncer por inhalación.
- R50 Muy tóxico para los organismos acuáticos.
- R51 Tóxico para los organismos acuáticos.
- R52 Nocivo para los organismos acuáticos.
- R53 Puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático.
- R54 Tóxico para la flora.
- R55 Tóxico para la fauna.
- R56 Tóxico para los organismos del suelo.
- R57 Tóxico para las abejas.
- R58 Puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente.
- R59 Peligroso para la capa de ozono.
- R60 Puede perjudicar la fertilidad.
- R61 Riesgo durante el embarazo de efectos adversos para el feto.
- R62 Posible riesgo de perjudicar la fertilidad.
- R63 Posible riesgo durante el embarazo de efectos adversos para el feto.
- R64 Puede perjudicar a los niños alimentados con leche materna.
- R65 Nocivo. Si se ingiere puede causar daño pulmonar
- R66 La exposición repetida puede provocar sequedad o formación de grietas en la piel
- R67 La inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo
- R68 Posibilidad de efectos irreversibles

Combinación de frases R

- R14/15 Reacciona violentamente con el agua, liberando gases extremadamente inflamables.
- R15/29 En contacto con el agua, libera gases tóxicos y extremadamente inflamables.
- 20/21 Nocivo por inhalación y en contacto con la piel.
- 20/22 Nocivo por inhalación y por ingestión.
- 20/21/22 Nocivo por inhalación, por ingestión y en contacto con la piel.
- 21/22 Nocivo en contacto con la piel y por ingestión.
- 23/24 Tóxico por inhalación y en contacto con la piel.
- 23/25 Tóxico por inhalación y por ingestión.
- 23/24/25 Tóxico por inhalación, por ingestión y en contacto con la piel.
- 24/25 Tóxico en contacto con la piel y por ingestión.
- 26/27 Muy tóxico por inhalación y en contacto con la piel.
- 26/28 Muy tóxico por inhalación y por ingestión.
- 26/27/28 Muy tóxico por inhalación, por ingestión y en contacto con la piel.
- 27/28 Muy tóxico en contacto con la piel y por ingestión.
- 36/37 Irrita los ojos y las vías respiratorias.
- 36/38 Irrita los ojos y la piel.
- 36/37/38 Irrita los ojos, la piel y las vías respiratorias.
- 37/38 Irrita las vías respiratorias y la piel.

Manual de laboratorio

- 39/23 Tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por inhalación.
- 39/24 Tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por contacto con la piel.
- 39/25 Tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por ingestión.
- 39/23/24 Tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por inhalación y contacto con la piel.
- 39/23/25 Tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por inhalación e ingestión.
- 39/24/25 Tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por contacto con la piel e ingestión.
- 39/23//24/25 Tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por inhalación, contacto con la piel e ingestión.
- 39/26 Muy tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por inhalación.
- 39/27 Muy tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por contacto con la piel.
- 39/28 Muy tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por ingestión.
- 39/26/27 Muy tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por inhalación y contacto con la piel.
- 39/26/28 Muy tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por inhalación e ingestión.
- 39/27/28 Muy tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por contacto con la piel e ingestión.
- 39/26/27/28 Muy tóxico: peligro de efectos irreversibles muy graves por inhalación, contacto con la piel e ingestión.
- 42/43 Posibilidad de sensibilización por inhalación y en contacto con la piel.
- 48/20 Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación.
- 48/21 Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por contacto con la piel.
- 48/22 Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por ingestión.
- 48/20/21 Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación y contacto con la piel.
- 48/20/22 Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación e ingestión.
- 48/21/22 Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por contacto con la piel e ingestión.
- 48/20/21/22 Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación, contacto con la piel e ingestión.
- R48/23 Tóxico: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación.
- R48/24 Tóxico: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por contacto con la piel.
- R48/25 Tóxico: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por ingestión.
- R48/23/24 Tóxico: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación y contacto con la piel.
- R48/23/25 Tóxico: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación e ingestión.

Manual de laboratorio

- R48/24/25 Tóxico: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por contacto con la piel e ingestión.
- R48/23/24/25 Tóxico: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación, contacto con la piel e ingestión.
- R50/53 Muy tóxico para los organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático.
- R51/53 Tóxico para los organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático.
- R52/53 Nocivo para los organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático.
- R68/20 Nocivo: posibilidad de efectos irreversibles por inhalación.
- R68/21 Nocivo: posibilidad de efectos irreversibles en contacto con la piel.
- R68/22 Nocivo: posibilidad de efectos irreversibles por ingestión.
- R68/20/21 Nocivo: posibilidad de efectos irreversibles por inhalación y contacto con la piel.
- R68/20/22 Nocivo: posibilidad de efectos irreversibles por inhalación e ingestión.
- R68/21/22 Nocivo: posibilidad de efectos irreversibles en contacto con la piel e ingestión.
- R68/20/21/22 Nocivo: posibilidad de efectos irreversibles por inhalación, contacto con la piel e ingestión.

Frases S simples

- S1 Consérvese bajo llave.
- S2 Manténgase fuera del alcance de los niños.
- S3 Consérvese en lugar fresco.
- S4 Manténgase lejos de locales habitados.
- S5 Consérvese en ... (líquido apropiado a especificar por el fabricante).
- S6 Consérvese en ... (gas inerte a especificar por el fabricante).
- S7 Manténgase el recipiente bien cerrado.
- S8 Manténgase el recipiente en lugar seco.
- S9 Consérvese el recipiente en lugar bien ventilado.
- S12 No cerrar el recipiente herméticamente.
- S13 Manténgase lejos de alimentos, bebidas y piensos.
- S14 Consérvese lejos de ... (materiales incompatibles a especificar por el fabricante).
- S15 Conservar alejado del calor.
- S16 Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas - No fumar.
- S17 Manténgase lejos de materiales combustibles.
- S18 Manipúlese y ábrase el recipiente con prudencia.
- S20 No comer ni beber durante su utilización.
- S21 No fumar durante su utilización.
- S22 No respirar el polvo.
- S23 No respirar los gases/humos/vapores/aerosoles [denominación(es) adecuada(s) a especificar por el fabricante].
- S24 Evítese el contacto con la piel.
- S25 Evítese el contacto con los ojos.

Manual de laboratorio

- S26 En caso de contacto con los ojos, lávense inmediata y abundantemente con agua y acúdase a un médico.
- S27 Quítese inmediatamente la ropa manchada o salpicada.
- S28 En caso de contacto con la piel, lávese inmediata y abundantemente con ... (productos a especificar por el fabricante).
- S29 No tirar los residuos por el desagüe.
- S30 No echar jamás agua a este producto.
- S33 Evítese la acumulación de cargas electrostáticas.
- S35 Elimínense los residuos del producto y sus recipientes con todas las precauciones posibles.
- S36 Úsese indumentaria protectora adecuada.
- S37 Úsense guantes adecuados.
- S38 En caso de ventilación insuficiente, úsese equipo respiratorio adecuado.
- S39 Úsese protección para los ojos/la cara.
- S40 Para limpiar el suelo y los objetos contaminados por este producto, úsese ... (a especificar por el fabricante).
- S41 En caso de incendio y/o de explosión, no respire los humos.
- S42 Durante las fumigaciones/pulverizaciones, úsese equipo respiratorio adecuado [denominación(es) adecuada(s) a especificar por el fabricante].
- S43 En caso de incendio, utilizar... (los medios de extinción los debe especificar el fabricante). (Si el agua aumenta el riesgo, se deberá añadir: "No usar nunca agua").
- S45 En caso de accidente o malestar, acúdase inmediatamente al médico (si es posible, muéstrela la etiqueta).
- S46 En caso de ingestión, acúdase inmediatamente al médico y muéstrela la etiqueta o el envase.
- S47 Consérvese a una temperatura no superior a ... °C (a especificar por el fabricante).
- S48 Consérvese húmedo con ... (medio apropiado a especificar por el fabricante).
- S49 Consérvese únicamente en el recipiente de origen.
- S50 No mezclar con ... (a especificar por el fabricante).
- S51 Úsese únicamente en lugares bien ventilados.
- S52 No usar sobre grandes superficies en locales habitados.
- S53 Evítese la exposición - recábense instrucciones especiales antes del uso.
- S56 Elimínense esta sustancia y su recipiente en un punto de recogida pública de residuos especiales o peligrosos.
- S57 Utilícese un envase de seguridad adecuado para evitar la contaminación del medio ambiente.
- S59 Remítirse al fabricante o proveedor para obtener información sobre su recuperación/reciclado.
- S60 Elimínense el producto y su recipiente como residuos peligrosos.
- S61 Evítese su liberación al medio ambiente. Recábense instrucciones específicas de la ficha de datos de seguridad.
- S62 En caso de ingestión no provocar el vómito: acúdase inmediatamente al médico y muéstrela la etiqueta o el envase.
- S63 En caso de accidente por inhalación, alejar a la víctima fuera de la zona contaminada y mantenerla en reposo
- S64 En caso de ingestión, lavar la boca con agua (solamente si la persona está consciente)

Manual de laboratorio

Combinación de frases S

- S1/2 Consérvese bajo llave y manténgase fuera del alcance de los niños.
- S3/7 Consérvese el recipiente bien cerrado y en lugar fresco.
- S3/9/14 Consérvese en lugar fresco y bien ventilado y lejos de ... (materiales incompatibles, a especificar por el fabricante).
- S3/9/14/49 Consérvese únicamente en el recipiente de origen, en lugar fresco y bien ventilado y lejos de ... (materiales incompatibles, a especificar por el fabricante).
- S3/9/49 Consérvese únicamente en el recipiente de origen, en lugar fresco y bien ventilado.
- S3/14 Consérvese en lugar fresco y lejos de... (materiales incompatibles, a especificar por el fabricante).
- S7/8 Manténgase el recipiente bien cerrado y en lugar seco.
- S7/9 Manténgase el recipiente bien cerrado y en lugar bien ventilado.
- S7/47 Manténgase el recipiente bien cerrado y consérvese a una temperatura no superior a... °C (a especificar por el fabricante).
- S20/21 No comer, ni beber, ni fumar durante su utilización.
- S24/25 Evítese el contacto con los ojos y la piel.
- S27/28 Después del contacto con la piel quítese inmediatamente toda la ropa manchada.
- S29/35 No tirar los residuos por el desagüe; elimínense los residuos del producto y sus recipientes con todas las precauciones posibles.
- S29/56 No tirar los residuos por el desagüe; elimínese esa sustancia y su recipiente en un punto d recogida pública de residuos especiales o peligrosos.
- S36/37 Úsense indumentaria y guantes de protección adecuados.
- S36/37/39 Úsense indumentaria y guantes adecuados y protección para los ojos/la cara.
- S36/39 Úsense indumentaria adecuada y protección para los ojos/la cara.
- S37/39 Úsense guantes adecuados y protección para los ojos/la cara.
- S47/49 Consérvese únicamente en el recipiente de origen y a temperatura no superior a ... °C (a especificar por el fabricante).

SECCION I. PROPIEDADES FISICAS.

SECCION I.

PROPIEDADES FISICAS.

Cód.

- A1 Dureza Total de agua. Método valoración complejométrica.
- A3 Solidos disueltos totales. Método gravimétrico.
- A4 Solidos suspendidos totales. Método gravimétrico
- A5 Solidos totales.
- I1 Turbidez .Método turbidímetro y medidor de ion especifico Hanna C-102
- I2 Turbidez .Método LabQuest Vernier.
- I3 Conductividad. Método Thermo orion Scientific star A329
- I4 Conductividad. Método medidor HI98129
- I5 pH. Método turbidímetro y medidor de ion especifico Hanna C-102
- I6 pH. Método Thermo Orion Scientific star A329
- I7 pH. Método medidor HI98129
- I8 Sólidos totales disueltos con HI98129

Práctica A1.

“Dureza Total de Agua. Valoración Complejométrica”

1. Introducción

La dureza es caracterizada comúnmente por el contenido de calcio y magnesio y expresada como carbonato de calcio equivalente. La dureza es indeseable en algunos procesos, tales como el lavado doméstico e industrial, provocando que se consuma más jabón, al producirse sales insolubles.

En calderas y sistemas enfriados por agua, se producen incrustaciones en las tuberías y una pérdida en la eficiencia de la transferencia de calor. Además le da un sabor indeseable al agua potable. Grandes cantidades de dureza son indeseables por razones antes expuestas y debe ser removida antes de que el agua tenga uso apropiado para las industrias de bebidas, lavanderías, acabados metálicos, teñido y textiles.

La mayoría de los suministros de agua potable tienen un promedio de 250 mg/l de dureza. Niveles superiores a 500 mg/l son indeseables para uso doméstico. El análisis de la dureza total en muestras de aguas es utilizado en la industria de bebidas, lavandería, fabricación de detergentes, acabados metálicos, teñido y textiles. Además en el agua potable, agua para calderas, etc.

2. Objetivo

Determinar la dureza total en aguas superficiales y subterráneas.

3. Alcance

Se va a determinar la dureza total en aguas por medio de un Método Titulométrico.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio el hacer un uso apropiado de los materiales equipos y reactivos durante la práctica.

5. Principio del Método

5.1 Métodos volumétricos.

La valoración o titulación es un método de análisis químico cuantitativo en el laboratorio, que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo conocido. Debido a que las medidas de volumen juegan un papel fundamental en las titulaciones, se le conoce también como análisis volumétrico.

Manual de laboratorio

Un reactivo llamado “valorante” o “titulador”, de volumen y concentración conocida (una solución estándar o solución patrón) se utiliza para que reaccione con una solución del analito, de concentración desconocida. Utilizando una bureta calibrada para añadir el valorante es posible determinar la cantidad exacta que se ha consumido cuando se alcanza el punto final. El punto final es el punto en el que finaliza la valoración, y se determina mediante el uso de un indicador. Idealmente es el mismo volumen que en el punto de equivalencia—el número de moles de valorante añadido es igual al número de moles de analito, algún múltiplo del mismo. En la valoración clásica ácido fuerte-base fuerte, el punto final de la valoración es el punto en el que el pH del reactante es exactamente 7, y a menudo la solución cambia en este momento de color de forma permanente debido a un indicador. Sin embargo, existen muchos tipos diferentes de valoraciones. Pueden usarse muchos métodos para indicar el punto final de una reacción: a menudo se usan indicadores visuales (cambian de color). En una titulación o valoración ácido-base simple, puede usarse un indicador de pH, como la fenolftaleína, que es normalmente incolora pero adquiere color rosa cuando el pH es igual o mayor que 8,2. Otro ejemplo es el naranja de metilo, de color rojo en medio ácido y amarillo en disoluciones básicas. No todas las titulaciones requieren un indicador. En algunos casos, o bien los reactivos o los productos son fuertemente coloreados y pueden servir como "indicador". Por ejemplo, una titulación o valoración redox que utiliza permanganato de potasio como disolución estándar (rosa/violeta) no requiere indicador porque sufre un cambio de color fácil de detectar pues queda incolora al reducirse el permanganato. Después del punto de equivalencia, hay un exceso de la disolución titulante (permanganato) y persiste un color rosado débil que no desaparece.

Debido a la naturaleza logarítmica de la curva de pH, las transiciones en el punto final son muy rápidas; y entonces, una simple gota puede cambiar el pH de modo muy significativo y provocar un cambio de color en el indicador. Hay una ligera diferencia entre el cambio de color del indicador y el punto de equivalencia de la titulación o valoración. Este error se denomina error del indicador. Por este motivo es aconsejable efectuar determinaciones en blanco con el indicador y restarle el resultado al volumen gastado en la valoración.

5.2 Dureza en agua.

La dureza total se define como la suma de la concentración de iones de calcio y magnesio, expresados como carbonato de calcio, en mg/l.

El método se basa en la formación de complejos por la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético con los iones calcio y magnesio. El método consiste en una valoración empleando un indicador visual del punto final, el negro de eriocromo T, que es de color rojo en presencia de calcio y magnesio y vira a azul cuando estos se encuentran complejados o ausentes. El complejo del EDTA con el calcio y el magnesio es más fuerte que el que estos iones forman con el negro de eriocromo T, de manera que la competencia por los iones se desplaza hacia la formación de los complejos con EDTA desapareciendo el color rojo de la solución y tornándose azul.

Manual de laboratorio

6. Interferencias.

Los iones Cu(II) pueden retardar el cambio de color del indicador. Si su contenido es alto será necesario enmascararlos.

7. Material y Equipo

- Bureta de 50 ml
- Pipeta aforada de 10 ml y 50 ml
- Pipetas graduadas de 5 ml
- Matraces erlenmeyer
- Matraz aforado de 100 y 1000 ml
- Tiras de pH o pH-metro
- Mortero

8. Reactivos y soluciones.

Tabla A1-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica A1

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	Volumen de solución.	PM	Densidad	Frases R y S
Agua	---	H ₂ O	1500 ml	----	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----
EDTA disódico	0.01 M	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈	1.8615g	500 ml	372.24 g/mol	---	R-36
EDTA disódico		C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈	0.2358g	50 ml	372.24 g/mol	---	R-36
Carbonato de Calcio	---	CaCO ₃	0.1 g	100 ml	100.08 g/mol	2711 kg/m ³	R-36 S-2-46
Ácido clorhídrico	----	HCl	1 ml	1 ml	36.46 g/mol	1190 kg/m ³	R-35-37 S26-36-37-39-45
Rojo de metilo	---	C ₁₅ H ₁₅ N ₃ O ₂	100 mg	100 ml	269.31 g/mol	780 kg/m ³	R-51-53 S-61
Sulfato de magnesio	----	MgSO ₄ .7H ₂ O	156 mg	50 ml	120.36 g/mol	2660 kg/m ³	---
Cloruro de amonio	---	NH ₄ Cl	3.38 g	50 ml	53.49 g/mol	1527 kg/m ³	R-22-36 S-22
Hidróxido de amonio	---	NH ₄ OH	28.63 ml	50 ml	35.04 g/mol	880 kg/m ³	R-36-37-38 S-2-26

Manual de laboratorio

Continuación Tabla A1-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica A1

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	Volumen de solución.	PM	Densidad	Frases R y S
Negro de eriocromo	---	$C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$	0.5 g	---	461.38 g/mol	---	R-36-51-53 S-26-61
Cloruro de Sodio	---	NaCl	100 g	---	58.4 g/mol	2165 kg/m ³	---

9. Acciones previas.

- Para la preservación de las muestras por más de 28 días hay que congelarlas a -20° C, o conservar las muestras acidificando a pH<2 y almacenar a 4° C.
- Si se conservan las muestras con ácido, se deben neutralizar con una base fuerte antes de realizar la determinación.
- Recolectar la muestra en envases de plástico o vidrio. Acidificar con HNO₃ hasta pH < 2. La muestra puede ser almacenada hasta 6 meses.

ADVERTENCIA: aunque la acidificación es conveniente para algunos tipos de muestras, esta produce interferencias cuando el amonio está presente en sólidos sin filtrar.

10 Descripción del procedimiento.

10.1 Preparación de reactivos.

a) Solución estándar de EDTA 0.01 M

Disolver 1.8615 g de etilendiaminotetra-acetato disódico dihidratado (EDTA) en agua destilada y diluir a 500 ml en un matraz aforado de 1000 ml

b) Solución estándar de calcio, 1 g CaCO₃/l

Pesar 0.1 g de CaCO₃ anhidro seco en un matraz erlenmeyer de 100 ml. Agregar lentamente solución de HCl (1:1) hasta que todo el carbonato de calcio se halla disuelto. Agregar 20 ml de agua destilada y hervir 5 minutos para eliminar completamente el CO₂. Enfriar, medir el pH, agregar unas gotas de rojo de metilo. Si la solución tiene un pH ácido se tornará de color rosa. Si la solución tiene un pH básico se tornará de color amarillo. Pasar la solución a color naranja (pH: 4.5 – 5.0) agregando solución de hidróxido de amonio transferir cuantitativamente y enrasar a 100 ml en matraz aforado con agua destilada. **ADVERTENCIA:** Hacer uso de la cámara de gases cuando se esté manipulando el HCl. (1 ml = 1.00 mg CaCO₃)

c) Indicador rojo de metilo

Disolver 100 mg de rojo de metilo y llevar a 100 ml con agua destilada.

d) Solución buffer pH=10

Se disuelven 0.2358 g de etilendiaminotetra-acetato disódico dihidratado y 156 mg de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ en agua destilada. A esta solución se agrega 3.38 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) y 28.6 ml de hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado. Mezclar y diluir a 50 ml con agua destilada. Almacenar en botella de plástico. ADVERTENCIA: Hacer uso de la cámara de gases cuando se esté manipulando el hidróxido de amonio.

e) Indicador negro de eriocromo T (NET)

Pesar 0,05 g de indicador negro de eriocromo T y agregar 10 g de cloruro de sodio y triturar en el mortero hasta formar una mezcla homogénea. Guardar en un frasco color ámbar. Esta mezcla se conserva en buenas condiciones para su uso durante un año.

10.2 Procedimiento general

10.2.1 Valoración de la solución de EDTA 0.01 M

Se colocan 10.0 ml de la solución de $CaCO_3$ 0.01 M y se lleva a 50 ml en un erlenmeyer de 250 ml. Se agregan 1 ml de solución buffer pH=10 (se controla que el pH final sea 10) y una punta de espátula de NET. Se valora con solución de EDTA 0.01 M hasta viraje del al azul neto.

10.2.2 Determinación de la dureza total

Se colocan en un erlenmeyer de 250 ml, 50 ml de muestra o una alícuota diluida a 50 ml. Se agrega 1 ml de solución buffer pH=10 (se controla que el pH final sea 10) y una punta de espátula de NET. Se valora con solución de EDTA 0.01 M hasta viraje al azul neto.

11 Cálculos y Expresión de Resultados

Tabla A1-2: Recolección de datos de práctica A1

Muestra	A	B	C
1			
2			
3			

$$mg \text{ de } CaCO_3 \text{ equivalentes a } 1000 \text{ ml de EDTA} = \frac{A \times B}{C}$$

Dónde:

- A son los mg $CaCO_3/l$ de la solución estándar de calcio.
- B volumen de la solución estándar de calcio tomados en la titulación de la solución de EDTA.

Manual de laboratorio

- C gasto de la solución de EDTA consumidos en la titulación.

$$\text{Dureza total expresada como CaCO}_3 \left(\frac{\text{mg}}{\text{l}} \right) = \frac{D \times E}{F}$$

Dónde:

- D son los ml de EDTA gastados en la titulación en la muestra
- E son los mg de CaCO₃ equivalentes a 1000 ml de EDTA, y
- F son los ml de muestra.

12 Precisión y sesgo.

La precisión de las medidas volumétricas depende del ojo del observador y de la habilidad en el manejo de equipo instrumental de laboratorio por parte del investigador, además también del conocimiento teórico de las técnicas correctas para la utilización de equipo volumétrico.

13 Referencias

- American Public Health Association. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20 th Edition. Washington, APHA, 1998 pp 2-26.
- Manual de procedimientos analíticos para agua y efluentes – DINAMA – MVOTMA – Edición 1996

Práctica A3.

“Sólidos Totales Disueltos. Método Gravimétrico por Evaporación a 180 °C”

1. Introducción

El término sólido hace referencia a la materia suspendida o disuelta en un medio acuoso. Una de las características físicas más importantes del agua es el contenido total de sólidos, esta incluye la materia en suspensión, la materia sedimentable, la materia coloidal y la materia disuelta. La determinación de sólidos disueltos totales mide específicamente el total de residuos sólidos filtrables (sales y residuos orgánicos).

Los sólidos disueltos pueden afectar adversamente la calidad de un cuerpo de agua o un efluente de varias formas; las aguas para el consumo humano, con un alto contenido de sólidos disueltos, son por lo general de mal agrado para el paladar y pueden inducir una reacción fisiológica adversa en el consumidor. Por esta razón los análisis de sólidos disueltos son también importantes como indicadores de la efectividad de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas usadas.

2. Objetivo

Determinar la cantidad de Sólidos Totales Disueltos de una muestra de agua.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la forma de obtener el valor de Sólidos Totales Disueltos por el Método Gravimétrico por Evaporación.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico el buen uso de los instrumentos de laboratorio y de realizar buenas mediciones durante la práctica de laboratorio para posteriormente obtener buenos resultados durante los cálculos.

5. Principio del Método

Una muestra bien mezclada es filtrada a través de un filtro estándar de fibra de vidrio, el filtrado es evaporado a sequedad en un recipiente secado y pesado a peso constante a 180°C. El incremento del peso en el recipiente representa los sólidos totales disueltos. Este procedimiento puede ser utilizado por secado a otras temperaturas. El filtrado obtenido de la determinación de sólidos suspendidos totales puede ser usado para la determinación de sólidos totales disueltos.

Manual de laboratorio

6. Interferencias

Aguas altamente mineralizadas con un considerable contenido de calcio, magnesio, cloruros y /o sulfatos pueden ser higroscópicas y requerir un prolongado secado, una correcta desecación y un rápido pesado. Muestras altas en bicarbonatos requieren cuidado y posiblemente un secado prolongado a 180°C para asegurar una completa conversión de bicarbonatos a carbonatos. El exceso de residuo en el recipiente pueden formar un entrapamiento de agua, el límite de residuo para una muestra no debe de ser más de 200 mg.

7. Material y Equipos

- Recipientes de evaporación. Recipientes con una capacidad de 100 ml, hechos de los siguientes materiales:
 - Porcelana, 90 mm de diámetro.
 - Vidrio de Sílica: Beaker de 100 ml
- Horno tipo mufla para operaciones con temperaturas de hasta 200°C.
- Horno secador, para operar entre los 103-105°C.
- Balanza analítica, con capacidad de 0.1 mg.
- Agitador magnético con su barra TFE.
- Soporte de pipeta.
- Filtro de fibra de vidrio.
- Aparato de filtración al vacío.
- Bomba de succión, con suficiente capacidad para muestras con medidas seleccionadas.
- Horno secador, para operación a $180 \pm 2^\circ\text{C}$.

Uno de los siguientes puede sustituir al filtro.

- Un embudo filtro de membrana
- Un crisol gooch con capacidad de 25 a 40 ml con adaptador de crisol gooch.
- Aparato de filtración con depósito áspero (40 – 60 micrómetros) y disco de pre filtro como soporte.

8. Reactivos y Materiales

Tabla A3-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica A3

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua destilada	---	H ₂ O	100 ml	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----

Manual de laboratorio

9. Acciones Previas

Preparación del filtro de disco de fibra de vidrio: inserte el disco con doblez a un lado en el aparato de filtración. Aplicar vacío y lavar con tres porciones de 20 ml de volumen de agua destilada. Continúe la succión y remueva trazas con agua. Descarte lavado

10. Descripción del Procedimiento

- a. Preparación y evaporación de fuente: calentar el recipiente limpio a $180 \pm 2^\circ\text{C}$ por 1 hora en un horno calentador, en este caso puede ser un beaker. Después poner en desecador hasta enfriamiento. Medir el peso del beaker inmediatamente antes de usar.
- b. Selección del filtro y tamaño de la muestra. Escoger el volumen de la muestra en una proporción entre 10 a 200 mg de residuo seco, se recomienda un volumen de muestra entre 25 y 50 ml. Si se requiere más de 10 minutos para completar la filtración incrementar el tamaño del filtro o disminuir el volumen de muestra. Cuando el total de sólidos suspendidos encontrados son bajos (menores a 10 mg/l), los residuos secados pueden ser pocos; compensar por uso de una balanza de alta sensibilidad (0.002 mg).
- c. Análisis de la muestra: Agitar la muestra con un agitador magnético y pipetear un volumen de 50 ml y agregarlo sobre un filtro de fibra de vidrio con la aplicación de vacío. Lavar con tres porciones sucesivas de 10 ml de destilada, permitiendo el completo drenaje entre los lavados y continuar la succión por cerca de tres minutos a completar la filtración.
- d. Transferir el filtrado total (con lavado) a un beaker previamente pesado y evaporar a sequedad en un horno secador.
- e. Secar la muestra evaporada por lo menos durante de 1 hora en un horno a $180 \pm 2^\circ\text{C}$, enfriar en un desecador hasta balancear la temperatura y pesar. Repetir el ciclo de secado, enfriamiento secado y pesado hasta obtener un peso constante o un cambio menor del 4% del peso anterior o 0.5 mg, o cualquier otro menor. Determinaciones de duplicados deberían de coincidir dentro del 5 % de los promedios.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

Tabla A3-2: Recolección de datos de práctica A3

Muestra	A (g)	B (g)	Volumen de la muestra (ml)
1			
2			
3			

Manual de laboratorio

$$\text{mg Sólidos Totales Disueltos / l} = \frac{(A - B) * 1000000}{\text{Volumen de muestra, ml}}$$

Dónde:

A = peso del residuo seco + recipiente, g

B = peso del recipiente, g

12. Precisión y Sesgo

Un solo laboratorio analizó 77 muestras conocidas de 293 mg/l, los análisis dieron hechos con una desviación estándar de diferencias de 21.20 mg/l. También se tomó en cuenta la precisión de los resultados obtenidos durante el análisis de muestras en la Planta Piloto.

13. Referencias

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 19^a edition. 1995. USA.

Práctica A4.

“Sólidos Totales Suspendedos. Método Gravimétrico”

1. Introducción

Los sólidos en suspensión son aquellos que se encuentran en el agua sin estar disueltos en ellas, pueden ser sedimentables o no y, para determinar su cantidad en forma directa es complicado, para ello se calcula matemáticamente conociendo la cantidad de sólidos no sedimentables y de sólidos en suspensión y realizando una diferencia de estas dos medidas.

Este método es aplicable a aguas potables, superficiales, y salinas, aguas residuales domésticas e industriales y lluvia ácida

2. Objetivo

Determinar cuantitativamente los Sólidos Suspendedos Totales de una muestra de agua.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para determinar los Sólidos Suspendedos Totales en muestras a de agua mediante métodos físicos en el laboratorio.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico hacer buen uso de los materiales para la determinación de los Sólidos Suspendedos Totales y así poder generar resultados confiables.

5. Principio del Método

Una muestra bien mezclada es filtrada a través de un filtro estándar de fibra de vidrio previamente pesado, y el residuo retenido sobre el filtro es secado hasta peso constante a 103- 105 °C. El incremento en el peso del filtro representa a los sólidos suspendidos totales. Si el material suspendido bloquea el filtro y prolonga la filtración, la diferencia entre los sólidos totales y los sólidos disueltos puede proveer un estimado del total de sólidos suspendidos.

6. Interferencias

Excluir grandes partículas flotantes o aglomerados sumergidos de material no homogéneo de la muestra si está determinado que su inclusión no se desea en el resultado final. Debido a que excesivos residuos sobre el filtro pueden formar un entrapamiento de agua, limitar el tamaño de la muestra a proporciones de residuo no mayores de 200 mg. Para muestras altas en sólidos disueltos lavar completamente el filtro para garantizar la

Manual de laboratorio

remoción de todo el material disuelto. Una filtración por tiempo prolongado resultado del bloqueo del filtro, puede producir altos resultados debido al incremento de materiales coloidales capturados sobre el filtro bloqueado.

7. Equipos

- Desecador.
- Horno secador, para operar entre los 103-105°C
- Balanza analítica, con capacidad de 0.1 mg.
- Agitador magnético.
- Soporte de pipeta.
- Vidrios reloj.
- Beaker de 100 ml.
- Papel filtro

8. Reactivos y Materiales

Tabla A4-1: Reactivos a utilizar en práctica A4

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua destilada	---	H ₂ O	100 ml	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----

9. Acciones Previas

a) Preparación del disco de filtro de fibra de vidrio.

Insertar un disco doblado en el aparato de filtración. Aplicar vacío y lavar el disco con tres porciones de 20 ml de agua grado reactivo. Continuar la succión para remover toda traza de agua, y descartar el lavado. Remover el filtro del aparato de filtración y transferirlo a un plato vidrio reloj previamente pesado. Tener el cuidado de prevenir que se adhiera el filtro seco al vidrio reloj. Alternativamente pesar el filtro seco y el plato pesado ambos antes y después de la filtración. El material filtrado que queda adherido a las paredes del recipiente debe de ser añadido al filtro para evitar errores.

b) Selección del tamaño del filtro y muestra.

Para muestras no homogéneas tales como aguas de desecho sin crudas, usar un filtro grande para permitir la filtración de una muestra representativa. El diámetro recomendado para el filtro es de 47 mm., y las marcas y tipos sugeridos por los Métodos Estándar son: Whatman grade 943 AH; Gelman type A/E; Millipore type AP40; E-D Scientific Specialties grade 161.

10. Descripción del Procedimiento

Análisis de muestras.

Manual de laboratorio

- a) Ensamblar el aparato de filtración y comenzar la succión. Humedecer un filtro con un pequeño volumen de agua grado reactivo para adherirlo.
- b) Agitar la muestra con un agitador magnético, y mientras se agita, pipetear un volumen medido sobre el filtro de fibra de vidrio adherido, lavar con tres volúmenes sucesivos de 10 ml de agua grado reactivo, permitiendo el drenaje completo entre el lavado, y continuar la succión cerca de 3 minutos después que la filtración ha sido completada. Muestra con altos sólidos disueltos pueden requerir lavado adicional.
- c) Remover cuidadosamente el filtro del aparato de filtración y transferir a un vidrio reloj.
- d) Secar por un lapso de 1 hora de 103 a 105 °C en un horno, enfriar en un desecador para balancear la temperatura y pesar. Repita el ciclo de secado, enfriamiento, desecación, y pesado hasta obtener un peso constante, o hasta un cambio no menor de peso del 4% del peso anterior o 0.5 mg, cualquiera de los cuales que sea menor.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

Tabla A4-2: Recolección de datos de práctica A4

Muestra	A (g)	B (g)	Volumen de la muestra (ml)
1			
2			
3			

$$\frac{\text{mg totales de sólidos suspendidos}}{l} = \frac{(A - B) * 1000000}{\text{Vol muestra, ml}}$$

Dónde: A = peso del filtro + residuo seco, g
B = peso del filtro, g

12. Precisión y Sesgo

La desviación estándar es de 5.2 mg/l (coeficiente de variación de 33 %) en 15 mg/l (10 %) en 242 mg/l, y 13 mg/l (0.76 %) en 1707 mg/l en estudios para dos análisis de cuatro sets de cada 10 determinaciones. También se tomó en cuenta la precisión de los resultados obtenidos durante el análisis de muestras en la Planta Piloto.

13. Referencias

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 19a edition. 1995. USA

Práctica A5

“Sólidos Totales. Método Gravimétrico”

1. Introducción

El término sólido hace referencia a la materia suspendida o disuelta en un medio acuoso. Una de las características físicas más importantes del agua es el contenido total de sólidos, esta incluye la materia en suspensión, la materia sedimentable, la materia coloidal y la materia disuelta. La determinación de sólidos disueltos totales mide específicamente el total de residuos sólidos filtrables (sales y residuos orgánicos).

Los sólidos disueltos pueden afectar adversamente la calidad de un cuerpo de agua o un efluente de varias formas; las aguas para el consumo humano, con un alto contenido de sólidos disueltos, son por lo general de mal agrado para el paladar y pueden inducir una reacción fisiológica adversa en el consumidor. Por esta razón los análisis de sólidos disueltos son también importantes como indicadores de la efectividad de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas usadas.

La determinación de sólidos totales en muestras de agua por desecación es un método muy utilizado, algunas de sus aplicaciones son: determinación de sólidos y sus fracciones fijas y volátiles en muestras sólidas y semisólidas como sedimentos de río o lagos, lodos aislados en procesos de tratamiento de aguas limpias y residuales y aglomeraciones de lodo en filtrado al vacío, de centrifugación u otros procesos de deshidratación de lodos.

Los sólidos en suspensión son aquellos que se encuentran en el agua sin estar disueltos en ellas, pueden ser sedimentables o no y, para determinar su cantidad en forma directa es complicado.

2. Objetivo

Conocer las técnicas para la determinación de Sólidos Totales en muestras de agua.

3. Alcances

Las técnicas aplicadas para la determinación de Sólidos Totales son aplicables para muestras de aguas domésticas, aguas superficiales, potables, residuales y de uso industrial.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico hacer buen uso de los materiales y equipos para la determinación de los Sólidos Suspendidos Totales y así poder generar resultados confiables al momento de analizar las muestras de agua.

5. Principios del Método

Para la determinación de Sólidos Totales Disueltos una muestra bien mezclada es filtrada a través de un filtro estándar de fibra de vidrio, el filtrado es evaporado a sequedad en un recipiente secado y pesado a peso constante a 180°C. El incremento del peso en el recipiente representa los sólidos totales disueltos.

Para la determinación de Sólidos Totales en Suspensión una muestra bien mezclada es filtrada a través de un filtro estándar de fibra de vidrio previamente pesado, y el residuo retenido sobre el filtro es secado hasta peso constante a 103- 105 °C. El incremento en el peso del filtro representa a los sólidos suspendidos totales

Una vez teniendo el resultado de estas dos mediciones se procede a sumar dichos valores y es de esta manera que tenemos el valor de los Sólidos Totales.

6. Interferencias

- El agua fuertemente mineralizada con concentración significativa de Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- y/o SO_4^{2-} , puede ser higroscópica y requerir secado prolongado, desecación adecuada y pesado rápido.
- Los resultados de muestras ricas en grasas y aceites flotantes pueden ser cuestionables debido a la dificultad de secarlas a peso constante en un tiempo prudencial.
- Un residuo excesivo en la cápsula puede formar una corteza hidrófila, por lo que debe limitarse el tamaño de la muestra para tratar de obtener un residuo no mayor de 200 mg.
- La temperatura a la cual el residuo se seca, tiene un efecto muy importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas de la materia orgánica.

7. Material y Equipo

Los materiales y equipos utilizados en las prácticas de Sólidos Totales Disueltos (Práctica A3) y la de Sólidos totales Suspendidos (Práctica A4).

8. Reactivos y Soluciones

Tabla A5-1: Reactivos a utilizar en práctica A5

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua destilada	---	H_2O	200 ml	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----

9. Acciones previas

Lavado y secado de filtro de fibra de vidrio y lavado y secado de recipiente para disecación.

10. Descripción del procedimiento

Los procedimientos se encuentran en las prácticas para la obtención de los Sólidos Totales Disueltos (Práctica A3) y la de Sólidos totales Suspendidos (Práctica A4) para cualquier tipo de muestras de agua.

11. Cálculos y expresión de resultados

$$\text{Sólidos Totales} = \text{Sólidos Totales Disueltos} + \text{Sólidos Totales Suspendidos}$$

12. Precisión y sesgo

Realizar como mínimo una muestra por duplicado y se considerara satisfactorio siempre y cuando los resultados no varíen en un 10%. Se considerará satisfactorio cuando el error no varié del 10%

13. Referencias

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 19^a edition. 1995. USA.

Práctica I1.

“Turbidez. Instrumento: Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102”

1. Introducción

Se entiende por turbidez o turbiedad la falta de transparencia de un líquido debido a la presencia de partículas en suspensión. Cuantos más sólidos en suspensión haya en el líquido (generalmente se hace referencia al agua), más sucia parecerá ésta y más alta será la turbidez. La turbidez es considerada una buena medida de la calidad del agua, cuanto más turbia, menor será su calidad.

Las partículas suspendidas absorben calor de la luz del sol, haciendo que las aguas turbias se vuelvan más calientes, y reduciendo así la concentración de oxígeno en el agua (el oxígeno se disuelve mejor en el agua más fría). Además algunos organismos no pueden sobrevivir en agua más caliente, mientras que se favorece la multiplicación de otros. Las partículas en suspensión dispersan la luz, de esta forma decreciendo la actividad fotosintética en plantas y algas, que contribuye a bajar la concentración de oxígeno más aún.

Como consecuencia de la sedimentación de las partículas en el fondo, los lagos poco profundos se colmatan más rápido, los huevos de peces y las larvas de los insectos son cubiertas y sofocadas, las agallas de los peces se tupen o dañan.

El principal impacto de una alta turbidez es meramente estético: a nadie le gusta el aspecto del agua sucia. Pero además, es esencial eliminar la turbidez para desinfectar efectivamente el agua que desea ser bebida. Esto añade costes extra para el tratamiento de las aguas superficiales. Las partículas suspendidas también ayudan a la adhesión de metales pesados y muchos otros compuestos orgánicos tóxicos y pesticidas.

2. Objetivo

Determinar el valor de turbidez de una muestra de agua como parámetro de su calidad.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de turbidez de una muestra de agua a una temperatura dada por medio de instrumentos o aparatos que facilitan la obtención de su valor exacto.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de turbidez para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del Método

5.1 Turbidez en aguas.

La turbidez es la dificultad del agua, para transmitir la luz debido a materiales insolubles en suspensión, coloidales o muy finos, que se presentan principalmente en aguas superficiales. Son difíciles de decantar y filtrar, y pueden dar lugar a la formación de depósitos en las conducciones de agua, equipos de proceso, etc. Además interfiere con la mayoría de procesos a que se pueda destinar el agua. La turbidez nos da una noción de la apariencia del agua y sirve para tener una idea acerca de la eficiencia de su tratamiento.

5.2 Principio turbidimétrico.

El turbidímetro C 102 ha sido diseñado para realizar medidas según el método 180.1 de USEPA y el 2130B del Standard Method. El instrumento funciona atravesando con un haz de luz una cubeta que contiene la muestra a analizar.

La fuente de luz es un LED Verde Puro que asegura que las interferencias producidas por muestras coloreadas sean mínimas.

Un sensor, situado a 90° con respecto a la dirección del haz, detecta la cantidad de luz dispersada por las partículas en suspensión presentes en la muestra. El microprocesador convierte estas lecturas en valores NTU.

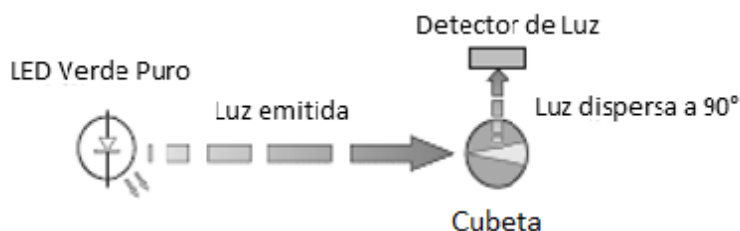


Figura I.1-1: Principio turbidimétrico del Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102

La unidad NTU es igual a FTU. No obstante, existen otras unidades de turbidez, concretamente las Unidades de Turbidez Jackson (JTU) basadas en el antiguo método Jackson, y Unidades de Sílice (mg/l de SiO_2). La tabla de conversión entre estas unidades de medida es la siguiente:

Tabla II-1: Conversión entre unidades.

	JTU	NTU/FTU	SiO_2 (mg/l)
JTU	1	19	2.5
NTU/FTU	0.053	1	0.13
SiO_2 (mg/l)	0.4	7.5	1

5.3 Principio del Método Colorimétrico

El color de todos los objetos que vemos está determinado por un proceso de absorción y emisión de la radiación electromagnética (luz) de sus moléculas.

El análisis colorimétrico está basado en principio de que componentes específicos reaccionan con otros para formar un color, la intensidad del cual es proporcional a la concentración de la sustancia a medir.

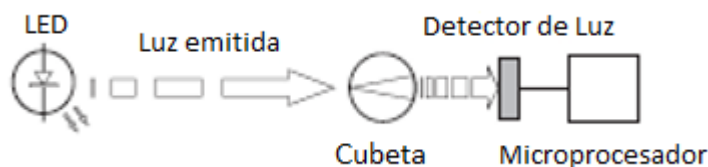


Figura II-2: Principio colorimétrico del Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102

Cuando una sustancia es expuesta a un haz de luz de intensidad I_0 , una parte de la radiación es absorbida por las moléculas de la sustancia y se emite una radiación de intensidad I , menor que I_0 . La cantidad de radiación absorbida se obtiene por la ley de Lambert-Beer:

$$\log \frac{I_0}{I} = \epsilon_{\lambda} c d$$

Donde

- $\log I_0/I$ = Absorbancia (A)
- ϵ_{λ} = coeficiente de extinción molar de la sustancia a la longitud de onda λ
- c = concentración molar de la sustancia
- d = distancia óptica de la luz a través de la muestra

Dado que los otros factores son conocidos, la concentración "c" puede calcularse a partir de la intensidad de color de la sustancia determinada por la radiación emitida I .

Un LED (Diodo Emisor de Luz) emite una radiación en un espectro relativamente estrecho, suministrando al sistema una intensidad I_0 .

Una sustancia absorbe el color complementario a aquel que emite. Por ejemplo, a sustancia aparece como amarilla debido a que absorbe luz azul. Debido a esto, los medidores Hanna utilizan LED que emiten la longitud de onda apropiada para medir la muestra. La distancia óptica (d) está determinada por el diámetro interno de la cubeta que contiene la muestra. La célula fotoeléctrica recoge la radiación I que no ha sido absorbida por la muestra y la convierte en una corriente eléctrica. El microprocesador convierte el valor en las unidades de medida deseadas y las visualiza en el display. El proceso de medida se realiza en dos fases: puesta a cero del medidor y medida real.

La cubeta tiene una gran importancia en el proceso de medida debido a que se trata de un elemento óptico. Tanto las cubetas de medida como las de calibración deben ser ópticamente idénticas para proporcionar las mismas condiciones de medida.

Manual de laboratorio

Es también importante que la superficie de la cubeta esté limpia y libre de rayas o muescas con objeto de evitar interferencias en la medida debidas a reflexiones y absorciones de luz no deseadas. Es recomendable siempre que sea posible, no tocar las paredes de la cubeta con las manos.

6. Interferencias

Existen algunas interferencias en la medición de turbidez, como la presencia de residuos flotantes o sedimentados, la coloración, el crecimiento de algas y las burbujas de aire presentes en la muestra de agua para analizar.

7. Reactivos y Materiales

- Beaker de 100 ml para descartes
- Beaker de 50 ml para muestras
- Papel toalla
- Pizeta
- Agua muestra.
- HI 93102-0 Solución calibración AMCOAEPA-1 0 NTU, 30 ml
- HI 93102-20 Solución calibración AMCOAEPA-1 20 NTU, 30 ml

8. Reactivos y soluciones.

Tabla 11-2: Reactivos a utilizar en práctica II

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-	100 ml
HI 93102-0	-	-	0 NTU	-	-	10 ml
HI 93102-20	-	-	20 NTU	-	-	10 ml

9. Acciones previas

Es responsabilidad del investigador revisar las condiciones del equipo a utilizar antes de poner en marcha, se debe verificar que las cubetas se encuentren en perfecto estado, sin ralladuras y que se cuente con las soluciones para realizar dicha prueba.

10. Descripción de procedimiento

10.1 Calibración del equipo.

Manual de laboratorio

En cada caso seguir las instrucciones del fabricante para el medidor de turbidez y para el almacenamiento y preparación de los viales para su uso. (Ver Manual Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro, o memoria de uso anexo 2 sección 1 “calibración modo turbidez”)

10.2 Procedimiento General.

- Luego de llevada a cabo la etapa de calibración, lavar la cubeta con agua destilada.
- Colocar la muestra en la cubeta.
- Coloque la tapa, sacuda la cubeta y espere unos segundos.
- Presionar la tecla READ y esperar a que la lectura se estabilice.
- Anotar los resultados.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

Tipo de muestra: _____

Tabla II-3: Recolección de datos de práctica II

Muestra	Turbidez (NTU)	Temperatura (°C)
1		
2		
3		
4		
5		

12. Precisión y sesgo

El Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro, tiene un rango de detección de 0.00 a 50 NTU, y una precisión de 0.5 NTU $\pm 5\%$.

13. Referencias

- Hanna Instruments, Manual de instrucción C102 Turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro, Italia

Práctica I2.

“Turbidez. Instrumento: Labquest Vernier/Sensor TRB-BTA”

1. Introducción

La claridad del agua es importante en la producción de productos destinados al consumo humano y en muchas operaciones industriales. Los fabricantes de bebidas, procesadores de alimentos y plantas de tratamiento de agua potable a partir de una fuente de agua superficial normalmente dependen de líquido y procesos de separación de partículas como la sedimentación y filtración para aumentar la claridad y asegurar un producto aceptable. La claridad de un cuerpo natural de agua es un factor determinante de su condición y la productividad.

La turbidez en el agua es causada por la materia suspendida y coloidal tales como arcilla, limo, materia orgánica e inorgánica finamente dividida, y el plancton y otros organismos microscópicos. La turbiedad es una expresión de la propiedad óptica que hace que la luz se disperse y se absorba, más bien que se transmita sin el cambio en dirección o nivel del flujo a través de la muestra. Correlación de la turbiedad con el peso o la concentración del número de partículas de materia en suspensión es difícil debido a que el tamaño, la forma, y el índice de refracción de las partículas afectan a las propiedades de dispersión de luz de la suspensión. Cuando están presentes en concentraciones significativas, partículas de materiales absorbentes de luz tales como carbón activado causan una interferencia negativa. En concentraciones bajas estas partículas tienden a tener una influencia positiva porque contribuyen a la turbidez. La presencia de sustancias disueltas, causantes de color que absorben la luz puede causar una interferencia negativa. Algunos instrumentos comerciales pueden tener la capacidad de corrección para una interferencia leve del color o de supresión ópticamente el efecto de color.

2. Objetivo

- Determinar el valor de turbidez de una muestra de agua como parámetro de su calidad.
- Utilizar el sensor turbidez TRB-BTA

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de la turbidez que se puede determinar para cualquier muestra de agua que esté libre de residuos y sedimentos gruesos solución rápida.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de pH para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del método

5.1 Turbidez en aguas.

La turbidez es la dificultad del agua, para transmitir la luz debido a materiales insolubles en suspensión, coloidales o muy finos, que se presentan principalmente en aguas superficiales. Son difíciles de decantar y filtrar, y pueden dar lugar a la formación de depósitos en las conducciones de agua, equipos de proceso, etc. Además interfiere con la mayoría de procesos a que se pueda destinar el agua. La turbidez nos da una noción de la apariencia del agua y sirve para tener una idea acerca de la eficiencia de su tratamiento.

5.2 Principio turbidimétrico

Este método se basa en una comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra en condiciones definidas con la intensidad de la luz dispersada por una suspensión estándar de referencia en las mismas condiciones. Cuanto mayor sea la intensidad de la luz dispersada, mayor es la turbidez. El polímero formazina se utiliza como la suspensión estándar de referencia primaria. La turbidez de una concentración especificada de la suspensión de formazina se define como 4000 NTU.

5.3 Sensor de turbidez (TRB-BTA)

La turbidez es una medida de la falta de agua de claridad y es un importante indicador de la calidad del agua. El agua con la turbidez alta es nublada, mientras el agua con la turbidez baja está clara. La nubosidad es producida por la luz que reflejan las partículas en el agua; por lo tanto, más partículas en el agua, más alta la turbidez. La alta turbidez puede ser perjudicial para la calidad del agua ya que más luz del sol se absorbe, causando un aumento de la temperatura acuática. Según el USGS, la turbiedad de aguas superficiales está por lo general entre 0 y 50 NTU. La turbiedad a menudo es más alta que esto, sin embargo, especialmente después de una lluvia intensa cuando los niveles de agua son altos.

- **Especificaciones**

Rango:	0 a 200 NTU
Precisión:	± 2 NTU para las lecturas de menos de 25 NTU ± 5% de las lecturas por encima de 25 NTU
Longitud de onda del LED:	890 nm
Estándar:	Estándar de formación a 100 NTU

- **Como funciona**

La luz infrarroja se dirige en una cubeta que contiene la muestra de agua. Esta luz es dispersada en todas las direcciones de las partículas en el agua. Un detector, que consta de un fotodiodo, se coloca en un ángulo de 90° a la fuente de luz. La cantidad de luz que se dispersa directamente en el detector es medida en voltios y traducida en unidades de turbidez. Este tipo de sensor de turbidez se llama un nefelómetro. Un estándar se utiliza

Manual de laboratorio

para calibrar el sensor de la turbidez en unidades de NTU, unidades nefelométricas de turbidez. Otras unidades como JTU (unidades de turbidez de Jackson) y FTU (unidades de turbidez formazina), tienen valores similares a NTU, pero no son exactamente lo mismo.

6. Interferencias

- La turbidez se puede determinar para cualquier muestra de agua que esté libre de residuos y sedimentos gruesos solución rápida.
- La cristalería sucia y la presencia de burbujas de aire dan resultados falsos.
- " Color verdadero", es decir, el color del agua debido a las sustancias disueltas que absorben la luz, provoca turbidez medidos a ser baja. Este efecto generalmente no es significativa en el agua tratada.

7. Equipo y materiales

- Sensor trb-bta junto con su sustancia de calibración (100 NTU) y la celda de medición
- LabQuest Vernier
- 1 beakers de 50 ml
- 1 pizeta
- Papel toalla

8. Reactivos

Tabla I2-1: Reactivos a utilizar en práctica I2

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua destilada	---	H ₂ O	50 ml	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----

9. Acciones previas

- Determine la turbidez tan pronto como sea posible después de que se toma la muestra. Agitar suavemente todas las muestras antes de examinarlas para garantizar una medición representativa.
- La preservación de la muestra no es factible; comenzar el análisis lo más pronto que pueda.
- Refrigerar o frío a 4 °C, para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos, si se requiere almacenamiento.
- Para obtener los mejores resultados, medir la turbidez de inmediato, sin alterar las condiciones originales de la muestra, tales como la temperatura o el pH.

10. Procedimiento

10.1 Procedimiento de Calibración

Manual de laboratorio

1. Si el agua de la muestra es muy clara, es posible que desee para que el sensor de turbidez se caliente durante unos cinco minutos para asegurar una tensión estable.
2. Pulse SETUP para la selección principal.
3. Pulse CALIBRATE y luego CALIBRATE NOW.
4. El primer punto de calibración:
 - a) Tome la cubeta que contiene el patrón de turbidez (100 NTU) y suavemente invierta cuatro veces para mezclar cualquier partícula que pueda haberse adherido a la parte inferior. Importante: No agite el estándar. Sacudiendo introducirá pequeñas burbujas de aire que afectarán las lecturas de turbidez.
 - b) Limpie el exterior de la cubeta con un paño suave y sin pelusa o tejido.
 - c) Sosteniendo el estándar por la tapa, colocarla en el sensor de turbidez. Alinear la marca de la cubeta con la marca en el sensor de turbidez. Importante: Estas marcas deben alinearse cada vez que se toma una lectura.
 - d) Cierre la tapa.
 - e) Introduzca 100 como el valor de NTU.
 - f) Retire el estándar.
5. Segundo punto de calibración:
 - a) Preparar un blanco enjuagando la cubeta vacía con agua destilada, a continuación, llenándolo hasta la parte superior de la línea con agua destilada. Importante: La parte inferior del menisco debe ser en la parte superior de la línea para cada medición a lo largo de esta prueba. Este nivel de volumen es fundamental para obtener los valores de turbidez correctas.
 - b) Enrosque de la tapa de la cubeta. Limpie el exterior con un paño suave y sin pelusa o tejido.
 - c) Sosteniendo la cubeta por la tapa, colóquela en la ranura del sensor de turbidez. Asegúrese de que las marcas estén alineadas. Cierre la tapa. Ingrese 0 como el valor en NTU.
 - d) Pulse OK. Ahora está listo para recoger los datos de turbidez.

10.2 Descripción de Procedimiento

- a) Conecte el sensor de turbidez en el canal 1 de la interfaz de LabPro (el equipo Vernier)
- b) Inicie el software de recopilación de datos. (encienda el equipo). El programa reconocerá automáticamente el sensor de turbidez.
- c) Prepare el sensor de turbidez para la calibración.
- d) Invierta suavemente la muestra de agua para mezclar en cualquier partícula que pueda haberse adherido a la parte inferior. Importante: No agite la muestra. Sacudiendo introducirá pequeñas burbujas de aire que puedan afectar la turbidez.
- e) Vacíe el agua destilada de la cubeta y enjuague con agua de la muestra. Llene la cubeta hasta la parte superior de la línea de agua de la muestra.
- f) Enrosque la tapa en la cubeta. Limpie el exterior con un paño suave y sin pelusa o tejido.
- g) Sostenga la cubeta por la tapa y colóquelo en el sensor de turbidez. Asegúrese de que las marcas estén alineadas.
- h) Cierre la tapa.

Manual de laboratorio

- i) Monitorear el valor de turbidez. Nota: Las partículas en el agua se depositan con el tiempo y muestran una lenta desviación descendente en las lecturas de turbidez; por lo tanto, tome sus lecturas poco después de colocar la cubeta en el sensor.
- j) Enjuague la cubeta entre mediciones con agua destilada.
- k) Cuando haya terminado de utilizar el sensor de turbidez, simplemente enjuague la cubeta de la muestra con agua destilada y séquela suavemente. Es importante tener buen cuidado de su cubeta y el patrón de turbidez. Su integridad es esencial para las mediciones de turbidez precisas.
- l) Apague el equipo y desconecte el sensor.

11. Cálculos y expresión de resultados

Tipo de muestra: _____

Tabla I2-2: Recolección de datos de práctica I2

Muestra	Turbidez (NTU)	Temperatura (°C)
1		
2		
3		
4		
5		

12. Precisión del equipo

La sonda de turbidez posee un rango de medición de 0 a 200 NTU. Con una precisión de ± 2 NTU para las lecturas de menos de 25 NTU y de $\pm 5\%$ de las lecturas por encima de 25 NTU. La longitud de onda del LED 890 nm.

13. Alternativas de análisis

También se pueden realizar las mediciones de turbidez con el equipo Hanna Instruments C102.

14. Referencias

- Vernier Software & Technology. (2014). Turbidity Sensor. Mayo 27, 2014. Sitio web: <http://www.vernier.com/products/sensors/trb-bta/>

Práctica I3.

“Conductividad Eléctrica. Instrumento: Thermo Scientific Orion”

1. Introducción

La conductividad electrolítica en medios líquidos (Disolución) está relacionada con la presencia de sales en solución, cuya disociación genera iones positivos y negativos capaces de transportar la energía eléctrica si se somete el líquido a un campo eléctrico. Estos conductores *iónicos* se denominan electrolitos o conductores electrolíticos.

Las determinaciones de la conductividad reciben el nombre de determinaciones conductométricas y tienen muchas aplicaciones como, por ejemplo:

- En la electrólisis, ya que el consumo de energía eléctrica en este proceso depende en gran medida de ella.
- En los estudios de laboratorio para determinar el contenido de sales de varias soluciones durante la evaporación del agua (por ejemplo en el agua de calderas o en la producción de leche condensada).
- En el estudio de las basicidades de los ácidos, puesto que pueden ser determinadas por mediciones de la conductividad.
- Para determinar las solubilidades de electrólitos escasamente solubles y para hallar concentraciones de electrólitos en soluciones por titulación.

Un método práctico sumamente importante es el de la titulación conductométrica, o sea la determinación de la concentración de un electrólito en solución por la medición de su conductividad durante la titulación. Este método resulta especialmente valioso para las soluciones turbias o fuertemente coloreadas que con frecuencia no pueden ser tituladas con el empleo de indicadores.

La conductividad eléctrica se utiliza para determinar la salinidad (contenido de sales) de suelos y substratos de cultivo, ya que se disuelven éstos en agua y se mide la conductividad del medio líquido resultante. Suele estar referenciada a 25 °C y el valor obtenido debe corregirse en función de la temperatura. Coexisten muchas unidades de expresión de la conductividad para este fin, aunque las más utilizadas son dS/m (deciSiemens por metro), mmhos/cm (milimhos por centímetro) y según los organismos de normalización europeos mS/m (miliSiemens por metro). El contenido de sales de un suelo o substrato también se puede expresar por la resistividad (se solía expresar así en Francia antes de la aplicación de las normas INEN).

2. Objetivo

Determinar la conductividad eléctrica de una muestra de agua.

3. Alcance

Este método de ensayo describe la metodología para determinar la conductividad eléctrica de muestras de agua en el laboratorio.

4. Responsabilidades.

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de pH para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del Método

La conductividad (conductancia) es una expresión numérica de la habilidad de una solución acuosa para conducir una corriente eléctrica. Esta habilidad depende de la presencia de iones, su concentración total, movilidad, valencia y concentraciones relativas y temperaturas de medición. Las soluciones de la mayoría de compuestos inorgánicos son relativamente buenos conductores.

5.1 Definiciones y Unidades de Expresión

La conductancia, G , es definida como el recíproco de la resistencia, R .

$$G = \frac{1}{R}$$

Donde la unidad R es ohm, y G es ohm^{-1} (algunas veces escrito como mho). La conductancia de una solución es medida entre dos electrodos espacialmente fijos y químicamente inertes. Para evitar la polarización de las superficies del electrodo, la medición de la conductancia es hecha con una señal alternativa. La conductancia de una solución, G , es directamente proporcional al área superficial del electrodo, A , e inversamente proporcional a la distancia entre los electrodos, L , cm. La constante de proporcionalidad, k , tal como se muestra a continuación.

$$G = k\left(\frac{A}{L}\right)$$

Es llamada “conductividad”. Es una propiedad característica de la solución entre los electrodos. Las unidades de k , son $1/\text{ohm}\cdot\text{cm}$ o mho por centímetro. La conductividad es reportada comúnmente en micromhos por centímetro ($\mu\text{mho}/\text{cm}$).

En el Sistema Internacional de unidades (SI) el recíproco del ohm es el siemens (S) y la conductividad es reportada como milisiemens por metro (mS/m); $1\text{mS}/\text{m} = 10 \mu\text{mho}/\text{cm}$ y $1 \mu\text{S}/\text{cm} = 1 \mu\text{mho}/\text{cm}$. Para reportar los resultados en unidades SI de mS/cm dividir $\mu\text{mho}/\text{cm}$ entre 10.

5.2 Equipos

- Medidor de conductividad: Instrumento medidor, que consiste de una fuente de corriente alterna, con puente de Wheatstone, un indicador de lectura, celda de conductividad de constante $K=1$, con respuesta lineal en la conductividad. Para el desarrollo de esta práctica se utilizara el Thermo Scientific Orion con su celda de conductividad (Ver Guía del usuario para Electrodo selectivo celda de conductividad Thermo Orion A329, Celda de conductividad, sección I “Calibración de la celda de conductividad”)
- Celda de conductividad: Tipo electrodo de platino, conteniendo 2 electrodos platinizados, sumergible, de $K=1$, plástico.

5.3 Técnica.

La determinación conductimétrica es una técnica ampliamente difundida para las determinaciones de control de calidad. Estas determinaciones sencillas, económicas y tienen una serie de aplicaciones. En primer lugar está el control de la calidad del agua, ya sea potable o de uso industrial, seguido por la determinación de la conductividad de las soluciones en aplicaciones industriales tales como en las electrólisis; ya que el consumo de energía eléctrica durante la electrólisis depende en gran medida de ella. Asimismo, las determinaciones conductimétricas se usan ampliamente en los laboratorios de análisis ; por ejemplo, para determinar el contenido de salino de soluciones durante la evaporación de agua en calderas, la determinación de las solubilidades de electrólitos y sus concentraciones, y las constantes de los ácidos y bases.

Algunas determinaciones son del tipo indirecto, tales como la determinación de CO_2 en agua expuesta a atmósferas cargadas del gas y la determinación de SO_2 atmosférico absorbido en soluciones de peróxido de hidrógeno.

6. Interferencias.

Conductividad: pueden causar variación la actividad biológica presente en el agua, al igual que la exposición de la muestra a la atmósfera, al facilitar la pérdida o ganancia de gases disueltos. La presencia de materias en suspensión de tamaño considerable y/o de aceites o grasas, puede causar fallos en los electrodos al cambiar la constante de la celda, efecto que sólo puede comprobarse mediante la verificación del ajuste. El agua de mar presenta numerosas dificultades en su medición, por la alta mineralización del medio y la gran diversidad de iones presentes; esto último hace difícil de definir la variación de la conductividad en función de la temperatura.

Salinidad: en principio, puede afectarse por las mismas causas que la conductividad, especialmente por sustancias que interfieran en los electrodos.

7. Material y equipo.

- Thermo Scientific (ORION); modelo Star a329

Manual de laboratorio

- Electrodo selectivo de conductividad.
- Beaker de 100 ml para descartes
- Beaker de 50 ml para muestras
- Papel toalla
- Pizeta
- Solución de calibración.

8. Reactivos y soluciones.

Tabla I3-1: Reactivos a utilizar en práctica I3

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua destilada	---	H ₂ O	50 ml	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----
Solución Patrón de conductividad	1.1413 micromhos/cm	-	-	-	-	----

9. Acciones Previas

Es responsabilidad del investigador revisar las condiciones del equipo a utilizar antes de poner en marcha, se debe verificar que las membranas de los electrodos se encuentren en perfecto estado, sin ralladuras y que se cuente con las soluciones tanto de relleno como de calibración para realizar dicha prueba.

10. Descripción del Procedimiento

10.1 Calibración del equipo.

Antes de proceder a la calibración, enjuagar el electrodo con agua destilada y secarlo.

Calibración automática y directa.

Uno de los cinco patrones de conductividad se puede utilizar para la calibración. Siempre utiliza Estándar fresco y seleccione las normas que se encuentran cerca de la simple conductividad. Prepare la celda de conductividad de acuerdo con las instrucciones de la guía el uso de células de conductividad. Conectar la célula de conductividad y cualesquiera otros electrodos que se utilizarán para el metro. Encienda el medidor y ajustar el modo de medición de la conductividad.

Nota. Para una calibración automática, la constante de celda nominal de la célula de conductividad se debe introducir en el menú de configuración antes de realizar la calibración y los estándar de conductividad deben ser utilizados para el Thermo Scientific Orion 100 S / cm, 1413 S / cm 12,9 mS / cm

Manual de laboratorio

Nota. En la mayoría de las pantallas de calibración, presione f1 (esc) para volver al modo de medición sin guardar la calibración.

1. En el modo de medición, presione f1 (Cal). En las pantallas duales y múltiples de medición del canal, oprima \wedge o \vee destacar conductividad - canal y presione f2 (seleccionar).
2. Enjuague la celda de conductividad y cualquier otro electrodo en uso con agua destilada, secar con una pelusa - tejido libre y colocarlo en el estándar.
3. Cuando la célula de conductividad y estándar están listos, pulse f3 (comenzar)
4. Espere a que el valor de conductividad en el medidor se estabilice y deje de parpadear y realice una de las acciones siguientes características.
 - a. Presione f2 (aceptar) para aceptar el valor de conductividad indicados entonces.
 - b. Pulse F3 (editar) para acceder a la pantalla de entrada numérica y editar el valor estándar de conductividad
 - i. Pulse \wedge , $>$, \vee o $<$ para resaltar un punto número decimal. Pulse F3 (enter) para seleccionar el elemento resaltado y repetir hasta que se muestre el valor de la Temperatura medida.
 - ii. Presione f2 (hecho) para salir de la pantalla de entrada numérica.
 - iii. Presione f2 (aceptar) para aceptar el valor de conductividad introducido.
5. Presione f2 (siguiente) para continuar con el siguiente Estándar y repita los pasos 2 y 4 o pulse F3 (cal done) guardar y finalizar la calibración. Si se utilizan cinco estándares.
6. El medidor mostrará el resumen de calibración que incluye la constante de celda promedio calculado y exportar el registro de calibración de datos. Presione f1 (medición) para pasar a la modalidad de medición o presione f2 (impresión) para proceder al modo de medición y exportar los datos a una impresora o un ordenador.

En cada caso seguir las instrucciones del fabricante para el medidor de pH y para el almacenamiento y preparación de los electrodos para su uso. (Ver Manual del Equipo para Electrodo selectivo celda de conductividad Thermo Orion A329, Sección II “Calibración Celda de conductividad” en carpeta de archivos Digitales)

10.2 Procedimiento General.

- a) Lavar la celda con la muestra varias veces. Introducir la celda en la muestra y esperar a que se estabilice la lectura.
- b) Anotar la lectura mostrada como Conductividad en microS/cm.

c) Medir la temperatura (t).

11. Cálculos y Expresión de Resultados

Tipo de muestra: _____

Tabla 13-2: Recolección de datos de práctica 13

Muestra	Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Temperatura
1		
2		
3		
4		
5		

12. Precisión y sesgo

La precisión de los medidores de Conductividad comerciales está comúnmente entre 0.1 y 1.0%. La Reproducibilidad de 1 a 2% es esperada después de que el instrumento ha sido calibrado.

13. Referencias

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 19a edition. 1995. USA

Práctica I4.

“Conductividad Eléctrica. Instrumento: pH, EC/TDS & temperatura HI 98129”

1. Introducción

La conductividad de una sustancia se define como "la habilidad o poder de conducir o transmitir calor, electricidad o sonido". Las unidades son Siemens por metro [S/m] en sistema de medición SI y micromhos por centímetro [mmho/cm] en unidades estándar de EE.UU.

La corriente eléctrica resulta del movimiento de partículas cargadas eléctricamente y como respuesta a las fuerzas que actúan en estas partículas debido a un campo eléctrico aplicado.

En el agua y materiales iónicos o fluidos puede generarse el movimiento de una red de iones cargados. Este proceso produce corriente eléctrica y se denomina conducción iónica.

Debido a que la corriente eléctrica se transporta por medio de iones en solución, la conductividad aumenta cuando aumenta la concentración de iones. De tal manera, que la conductividad cuando el agua disuelve compuestos iónicos. El agua pura, prácticamente no conduce la corriente, sin embargo el agua con sales disueltas conduce la corriente eléctrica. Los iones cargados positiva y negativamente son los que conducen la corriente, y la cantidad conducida dependerá del número de iones presentes y de su movilidad. En la mayoría de las soluciones acuosas, entre mayor sea la cantidad de sales disueltas, mayor será la conductividad, este efecto continúa hasta que la solución está tan llena de iones que se restringe la libertad de movimiento y la conductividad puede disminuir en lugar de aumentas, dándose casos de dos diferentes concentraciones con la misma conductividad. Un aumento en la temperatura, disminuye la viscosidad del agua y permite que los iones se muevan más rápidamente, conduciendo más electricidad.

2. Objetivos

- Determinar la conductividad eléctrica de una muestra de agua.
- Conocer el manejo del medidor de pH, EC/TDS & temperatura HI 98129

3. Alcance

Este método de ensayo describe la metodología para determinar la conductividad eléctrica de muestras de agua en el laboratorio.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de pH para generar datos confiables durante las mediciones

5. Principio del método

La conductividad (conductancia) es una expresión numérica de la habilidad de una solución acuosa para conducir una corriente eléctrica. Esta habilidad depende de la presencia de iones, su concentración total, movilidad, valencia y concentraciones relativas y temperaturas de medición. Las soluciones de la mayoría de compuestos inorgánicos son relativamente buenos conductores.

5.1 Definiciones y Unidades de Expresión

La conductancia, G , es definida como el recíproco de la resistencia, R .

$$G = \frac{1}{R}$$

Donde la unidad R es ohm, y G es ohm^{-1} (algunas veces escrito como mho). La conductancia de una solución es medida entre dos electrodos espacialmente fijos y químicamente inertes. Para evitar la polarización de las superficies del electrodo, la medición de la conductancia es hecha con una señal alternativa. La conductancia de una solución, G , es directamente proporcional al área superficial del electrodo, A , e inversamente proporcional a la distancia entre los electrodos, L , cm. La constante de proporcionalidad, k , tal como se muestra a continuación.

$$G = k\left(\frac{A}{L}\right)$$

Es llamada “conductividad”. Es una propiedad característica de la solución entre los electrodos. Las unidades de k , son $1/\text{ohm}\cdot\text{cm}$ o mho por centímetro. La conductividad es reportada comúnmente en micromhos por centímetro ($\mu\text{mho}/\text{cm}$).

En el Sistema Internacional de unidades (SI) el recíproco del ohm es el siemens (S) y la conductividad es reportada como milisiemens por metro (mS/m); $1\text{mS}/\text{m} = 10 \mu\text{mho}/\text{cm}$ y $1 \mu\text{S}/\text{cm} = 1 \mu\text{mho}/\text{cm}$. Para reportar los resultados en unidades SI de mS/cm dividir $\mu\text{mho}/\text{cm}$ entre 10.

6. Interferencias

- La exposición de la muestra al aire atmosférico, puede causar cambios en la conductividad, debido a pérdida o ganancia de gases disueltos, en especial el CO_2 . Esto es especialmente importante para aguas de alta pureza, con concentraciones bajas de gases y sustancias ionizables.
- Sustancias no disueltas o materiales que precipiten lentamente en la muestra, pueden causar ensuciamiento en la superficie de los electrodos y causar lecturas erróneas.
- El ensuciamiento por sustancias orgánicas, bioensuciamientos y corrosión de los electrodos, causan lecturas inestables o erróneas.

7. Equipos y materiales

- Medidor de pH, EC/TDS & temperatura
- 2 beakers de 50 ml
- 1 pizeta

7.1 Equipos y materiales de calibración

- Solución de calibración: HI7031 (1413 μ S/cm).
- Medidor de pH, EC/TDS & temperatura

8. Reactivos

Tabla I4-1: Reactivos a utilizar en práctica I4

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua	---	H ₂ O	50 ml	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----
Cloruro de Potasio		KCl	0.01864 g	74.55 g/mol	1987 kg/m ³	----

9. Acciones Previas

- Las muestras se deben tomar en frascos de vidrio o polipropileno, perfectamente tapados.
- En caso de no tener una solución de calibración: Disolver 0.01864 g de Cloruro de Potasio anhidro en agua destilada (a) hasta 25 ml a 25 °C. Este patrón tiene una conductividad de 1412 micromhos/cm (25° C). Almacenar en frasco con tapón plástico.

10. Procedimiento

10.1 Procedimiento de calibración

Para cambiar el factor de conversión (CONV) y el coeficiente de temperatura β (Beta) en EC/TDS

1. Desde el modo medición, presione y mantenga el botón MODE hasta que aparezca TEMP y la temperatura actual será desplegada en la parte inferior del display.
2. Presione el botón MODE nuevamente para mostrar el factor de conversión actual. Ej.: 0.50 CONV.
3. Presione el botón SET/HOLD para cambiar el factor de conversión
4. Presione el botón MODE para mostrar el actual coeficiente de temperatura β (Beta).
5. Presione el botón SET/HOLD para cambiar el coeficiente de temperatura β (Beta).
6. Presione el botón MODE para retornar al modo normal de medición.

Calibración:

Desde el modo de medición, presione y mantenga el botón MODE hasta que el LCD muestre CAL.

1. Suelte el botón y sumerja la sonda en la solución de calibración apropiada: HI7031 (1413 μ S/cm).
2. Una vez que la calibración se efectúe automáticamente, el display mostrará OK por 1 segundo y retornará al modo normal de medición.
3. Desde aquí, es conocida la relación entre EC y TDS, por lo que no se requiere calibración en TDS.
4. El símbolo CAL indica que el equipo está calibrado.

10.2 Descripción del Procedimiento

- a) Si el electrodo está seco, enjuague en solución de almacenamiento (HI70300) o pH 7.01 (HI7007) por al menos 1 hora para reactivarlo.
- b) Encender el medidor presionando y manteniendo el botón MODE por 2 o 3 segundos. Todos los segmentos del LCD estarán visibles por algunos segundos, seguido de la indicación de porcentaje de vida restante de la batería. Ej.: 100% BATT. Chequeando así el estado de batería.
- c) Para seleccionar las unidades de la temperatura (de °C a °F), desde el modo de medición, presione y mantenga el botón MODE hasta TEMP, y la temperatura actual se verá desplegada en la parte inferior del LCD. Ej.: TEMP °C. Use el botón SET/HOLD para cambiar la unidad de temperatura y presione el botón MODE un par de veces para volver al modo normal de medición.
- d) Seleccione el modo EC con el botón SET/HOLD.
- a) Antes de tomar cualquier medición asegúrese que el instrumento está calibrado (ver manual HI98129 anexo)
- e) Enjuague el electrodo con agua de la llave cuidadosamente para eliminar cualquier contaminación. Luego de la limpieza, enjuague la sonda con la muestra a ser medida.
- f) Sumerja el electrodo en la solución a ser medida. Utilice un vaso plástico para minimizar interferencias electromagnéticas. La medición estará tomada cuando el símbolo de estabilidad \oplus desaparezca. El valor de EC automáticamente compensado se mostrará en el LCD primario y el display secundario mostrará la temperatura de la muestra.
- g) Para congelar el display, presione el botón SET/HOLD por 2 o 3 segundos hasta que aparezca HOLD en el display secundario. Anote la medición.
- h) Presione nuevamente el botón SET/HOLD para retornar al modo normal de medición.
- i) Enjuague el electrodo con agua de la llave cuidadosamente para eliminar cualquier contaminación. Si seguirá tomando mediciones y son en diferentes muestras sucesivamente, luego de la limpieza, enjuague la sonda con la muestra a ser medida y repita los pasos anteriores (a partir del f).

Manual de laboratorio

- j) Cuando haya terminado de medir, enjuague y seque el electrodo. Apague el medidor presionando el botón MODE mientras está en modo normal de medición. Aparecerá OFF en la parte inferior del display. Suelte el botón.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

Tipo de muestra: _____

Tabla I4-2: Recolección de datos de práctica I4

Muestra	Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Temperatura
1		
2		
3		
4		
5		

Cálculo de la constante:

$$K = \frac{1412}{cp} [1 + 0.0191(t - 25)] \quad K = \text{cm}^{-1}(25^\circ \text{C})$$

cp= conductividad del patrón, microhoms

t = temperatura en ($^\circ\text{C}$) de la solución patrón

12. Precisión y sesgo

La precisión de los medidores de Conductividad comerciales está comúnmente entre 0.1 y 1.0%. La Reproducibilidad de 1 a 2% es esperada después de que el instrumento ha sido calibrado.

13. Alternativas de análisis.

La conductividad también se puede medir por medio de otros equipos dentro de la Planta Piloto, ver práctica I2 para ver el procedimiento.

14. Referencias

- HANNA Instruments. (2014). Manual de instrucciones HI 98129 – HI 98130 Medidor de pH, EC/TDS & temperatura resistente al agua. Mayo 20, 2014. Sitio web: <http://www.hannainst.es/catalogo-productos/medidores-de-bolsillo-o-testers/combinados/tester-medidor-de-phctdstemperatura--hi-98129-y-hi-98130-combo-waterproof>

Práctica I5.

“Análisis de PH. Método Colorimétrico. Instrumento: Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102”

1. Introducción

La determinación del pH en el agua es una medida de la tendencia de su acidez o de su alcalinidad. Este método de prueba se utiliza para la determinación rutinaria del pH en agua, a condiciones controladas de laboratorio. El pH se mide en una escala de 0 a 14, el valor 7 es neutro. Un pH menor de 7.0 indica una tendencia hacia la acidez, mientras que un valor mayor de 7.0 muestra una tendencia hacia lo alcalino.

La mayoría de las aguas naturales tienen un pH entre 4 y 9, aunque muchas de ellas tienen un pH ligeramente básico debido a la presencia de carbonatos y bicarbonatos. Un pH muy ácido o muy alcalino, puede ser indicio de una contaminación industrial. El valor del pH en el agua, es utilizado también cuando nos interesa conocer su tendencia corrosiva o incrustante, y en las plantas de tratamiento de agua.

2. Objetivo

Determinar el valor de pH de una muestra de agua como parámetro de su calidad.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de pH de una muestra de agua a una temperatura dada por medio de instrumentos o aparatos que facilitan la obtención de su valor exacto.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de pH para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del Método

5.1 Principio del valor del pH

La medición de pH es una de las más importantes y frecuentes pruebas utilizadas en la química del agua. Prácticamente cada fase de agua de suministro y tratamiento de aguas de desecho, por ejemplo: neutralizaciones ácido base, suavización del agua, precipitación, coagulación, desinfección, y control de la corrosión, son dependientes del pH. El pH es utilizado en las mediciones de alcalinidad y dióxido de carbono y en otras muchas de equilibrio ácido base.

A una temperatura dada, la intensidad del carácter ácido o alcalino de una solución es indicada por el pH o por la actividad del ion Hidrógeno. La alcalinidad y la acidez son las capacidades de neutralización ácido-base del agua y usualmente son expresados como mg CaCO₃ por litro. La capacidad buffer es la cantidad de fuerza ácida o alcalina, usualmente expresada en moles por litro, que necesita ser cambiada a valores de pH de un litro de muestra por una unidad. El pH como es definido por Sorensen es $-\log [H^+]$; es la intensidad del factor de acidez. El agua pura es débilmente ionizada.

5.2 Principio del Método Colorimétrico

El color de todos los objetos que vemos está determinado por un proceso de absorción y emisión de la radiación electromagnética (luz) de sus moléculas.

El análisis colorimétrico está basado en principio de que componentes específicos reaccionan con otros para formar un color, la intensidad del cual es proporcional a la concentración de la sustancia a medir.

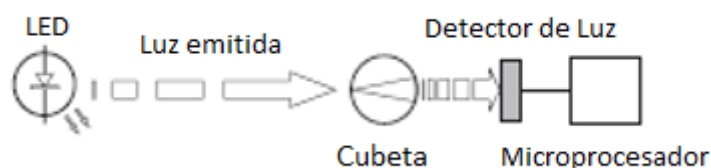


Figura I5-1: Principio colorimétrico del Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments CI02

Cuando una sustancia es expuesta a un haz de luz de intensidad I_0 , una parte de la radiación es absorbida por las moléculas de la sustancia y se emite una radiación de intensidad I , menor que I_0 . La cantidad de radiación absorbida se obtiene por la ley de Lambert-Beer:

$$\log \frac{I_0}{I} = \epsilon_{\lambda} c d$$

Donde

- $\log I_0/I$ = Absorbancia (A)
- ϵ_{λ} = coeficiente de extinción molar de la sustancia a la long. de onda λ
- c = concentración molar de la sustancia
- d = distancia óptica de la luz a través de la muestra

Dado que los otros factores son conocidos, la concentración "c" puede calcularse a partir de la intensidad de color de la sustancia determinada por la radiación emitida I .

Un LED (Diodo Emisor de Luz) emite una radiación en un espectro relativamente estrecho, suministrando al sistema una intensidad I_0 .

Una sustancia absorbe el color complementario a aquel que emite. Por ejemplo, a sustancia aparece como amarilla debido a que absorbe luz azul. Debido a esto, los medidores Hanna utilizan LED que emiten la longitud de onda apropiada para medir la

muestra. La distancia óptica (d) está determinada por el diámetro interno de la cubeta que contiene la muestra.

La célula fotoeléctrica recoge la radiación I que no ha sido absorbida por la muestra y la convierte en una corriente eléctrica.

El microprocesador convierte el valor en las unidades de medida deseadas y las visualiza en el display.

El proceso de medida se realiza en dos fases: puesta a cero del medidor y medida real.

La cubeta tiene una gran importancia en el proceso de medida debido a que se trata de un elemento óptico. Tanto las cubetas de medida como las de calibración deben ser ópticamente idénticas para proporcionar las mismas condiciones de medida.

Es también importante que la superficie de la cubeta esté limpia y libre de rayas o muescas con objeto de evitar interferencias en la medida debidas a reflexiones y absorciones de luz no deseadas. Es recomendable siempre que sea posible, no tocar las paredes de la cubeta con las manos.

Además, a fin de mantener las mismas condiciones durante las fases de puesta a cero y medida, es necesario cerrar la cubeta para evitar cualquier tipo de contaminación.

5.3 Equipo.

Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro

Hanna es un turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro portátil y microprocesador. Mide Cloro Libre y Total, Ácido Cianúrico, pH, Yodo, Bromo, Hierro rango bajo y Turbidez.

En el modo colorimétrico, el usuario puede seleccionar las calibraciones pre programadas en fábrica o calibrar el medidor utilizando valores de calibración personalizados basados en la concentración o absorbancia relativa de la muestra. Los datos de calibración se almacenan en una EEPROM no volátil.

En el modo turbidez, es aconsejable recalibrar el medidor periódicamente con soluciones primarias según los requerimientos normativos o la experiencia del personal. Los rangos de turbidez son 0,00-9,99 NTU y 10,0-50,0 NTU.

Hanna cumple con las normas G.L.P. (Good Laboratory Practice), es decir:

- Cuando se enciende, el display LCD visualiza todos los segmentos (test de display).

Manual de laboratorio

- El estado de la pila se monitoriza durante cada ciclo de medida avisando al usuario si las pilas se descargan. Además, C102 se apaga automáticamente antes de que una baja tensión origine lecturas erróneas.

- Utiliza un reloj de tiempo real, almacena datos de calibración como fecha, hora y valores de calibración.

Para facilitar el análisis en campo, el medidor dispone de un modo de registro. En este modo, el usuario puede almacenar hasta veinticinco lecturas en la RAM y visualizar la memoria en cualquier momento.

6 Interferencias

El electrodo de vidrio es relativamente inmune a las interferencias del color, turbidez, material coloidal, cloro libre, oxidante y reductor. La medición se afecta cuando la superficie de la membrana de vidrio está sucia con grasa o material orgánico insoluble en agua, que le impide hacer contacto con la muestra, por lo anterior se recomienda la limpieza escrupulosa de los electrodos.

En muestras de un pH mayor a 10, se presenta el error del sodio, el cual puede ser reducido utilizando electrodos especiales de bajo error de sodio y haciendo las correcciones indicadas en el instructivo del electrodo.

7 Material y equipo.

- Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro
- Beaker de 100 ml para descartes
- Beaker de 50 ml para muestras
- Papel toalla
- Pizeta
- HI 93710-01 Reactivos para 100 análisis de pH

8 Reactivos y soluciones.

Tabla I5-1: Reactivos a utilizar en práctica I5

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-	150 ml
HI 93710-01	-	-	-	-	-	5 gotas

9 Acciones previas

Es responsabilidad del investigador revisar las condiciones del equipo a utilizar antes de poner en marcha, se debe verificar que las cubetas se encuentren en perfecto estado, sin ralladuras y que se cuente con las soluciones para realizar dicha prueba.

10 Descripción de procedimiento

10.1 Calibración de equipo.

En cada caso seguir las instrucciones del fabricante para el medidor de pH y para el almacenamiento y preparación de los electrodos para su uso. (Ver Guía del usuario Hanna Instruments C102 para realizar la calibración paso a paso. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico, anexo 2 Sección I “Calibración”)

10.2 Procedimiento general.

- Colocar la muestra en la cubeta y añadir 5 gotas de la solución HI 93710-01.
- Coloque la tapa, sacuda la cubeta y espere unos segundos para que el color se desarrolle.
- Introduzca la cubeta en el equipo y presione la tecla READ y esperar a que la lectura se estabilice.
- Anotar los resultados.

11 Cálculos y Expresión de Resultados

Tipo de muestra: _____

Tabla 15-2: Recolección de datos de práctica 15

Muestra	pH	Temperatura
1		
2		
3		
4		
5		

12 Precisión y sesgo

Por el uso cuidadoso de medidores de pH en el laboratorio con buenos electrodos, una precisión de ± 0.1 unidades de pH y un rango de 5.7 a 8 unidades de pH pueden ser alcanzadas. Sin embargo, ± 0.1 unidades de pH representan el límite de exactitud bajo condiciones normales, especialmente para mediciones de agua y de soluciones pobremente bufferadas. Por esta razón, se deben reportar los valores de pH lo más cercano a 0.1 unidades de pH. Una muestra sintética de una solución buffer de Clark y Lubs de pH 7.3 fue analizada electrométricamente por 30 laboratorios con una desviación estándar de ± 0.13 unidades de pH.

13 Alternativas de análisis.

Para la medición de pH existen diferentes tipos de equipos que proporcionan un resultado veras en la medición, entre ellos tenemos:

- Multiparámetro, Modelo:501, Marca: OAKTON
- Marca Thermo Scientific (ORION); modelo Star a329
- Multiparámetro, Modelo:9828, Marca: HANNA

14 Referencias

- Hanna Instruments, Manual de instrucción C102 Turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro, Italia.

Práctica I6.

“Análisis de pH por medio de Ion Selectivo. Instrumento: Thermo Scientific Orion ROSS, Ultra, Ross y PerpHecT ROSS electrodos”

1. Introducción

La determinación del pH en el agua es una medida de la *tendencia* de su acidez o de su alcalinidad. Este método de prueba se utiliza para la determinación rutinaria del pH en agua, a condiciones controladas de laboratorio. El pH se mide en una escala de 0 a 14, el valor 7 es neutro. Un pH menor de 7.0 indica una *tendencia* hacia la acidez, mientras que un valor mayor de 7.0 muestra una *tendencia* hacia lo alcalino.

La mayoría de las aguas naturales tienen un pH entre 4 y 9, aunque muchas de ellas tienen un pH ligeramente básico debido a la presencia de carbonatos y bicarbonatos. Un pH muy ácido o muy alcalino, puede ser indicio de una contaminación industrial.

El valor del pH en el agua, es utilizado también cuando nos interesa conocer su tendencia corrosiva o incrustante, y en las plantas de tratamiento de agua.

2. Objetivo

Determinar el valor de pH de una muestra de agua como parámetro de su calidad.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de pH de una muestra de agua a una temperatura dada por medio de instrumentos o aparatos que facilitan la obtención de su valor exacto.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de pH para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del Método

5.1 Principio del valor del pH

La medición de pH es una de las más importantes y frecuentes pruebas utilizadas en la química del agua. Prácticamente cada fase de agua de suministro y tratamiento de aguas de desecho, por ejemplo: neutralizaciones ácido base, suavización del agua, precipitación, coagulación, desinfección, y control de la corrosión, son dependientes del pH. El pH es utilizado en las mediciones de alcalinidad y dióxido de carbono y en otras muchas de equilibrio ácido base.

A una temperatura dada, la intensidad del carácter ácido o alcalino de una solución es indicada por el pH o por la actividad del ion Hidrógeno. La alcalinidad y la acidez son

las capacidades de neutralización ácido-base del agua y usualmente son expresados como mg CaCO_3 por litro. La capacidad buffer es la cantidad de fuerza ácida o alcalina, usualmente expresada en moles por litro, que necesita ser cambiada a valores de pH de un litro de muestra por una unidad. El pH como es definido por Sorensen es $-\log [\text{H}^+]$; es la intensidad del factor de acidez. El agua pura es débilmente ionizada.

5.2 Principio del Método Electrométrico

La base del principio electrométrico en la medición del pH es la determinación de la actividad del ion Hidrógeno por mediciones potenciométricas usando un electrodo estándar de Hidrógeno y un electrodo de referencia. El electrodo de Hidrógeno consiste de un electrodo de platino a lo largo del cual gas Hidrógeno es burbujeado a la presión de 101 kPa. Debido a la dificultad en su uso y el potencial por envenenamiento del electrodo de Hidrógeno, el electrodo de vidrio es comúnmente usado. La fuerza electromotriz (emf) producida en el sistema del electrodo de vidrio varía linealmente con el pH. Esta relación lineal es descrita mediante el ploteo de la medida de la emf contra el pH de diferentes buffer. El pH de las muestras es determinado por extrapolación.

5.3 Equipo

Medidor de pH

Consiste de un potenciómetro, un electrodo de vidrio, un electrodo de referencia y un dispositivo compensador de temperatura. Un circuito es completado a través del potenciómetro cuando los electrodos son inmersos en la solución de prueba. Muchos medidores de pH son capaces de leer pH o milivoltios y algunos tienen una escala de expansión que permite lecturas de 0.001 unidades de pH, pero la mayoría de instrumentos no tienen esa precisión. Para trabajo rutinario usar un medidor de pH preciso y reproducible a 0.1 unidades de pH con un rango de 0 a 14 y equipado con un ajuste compensador de temperatura.

Thermo Scientific Orion ROSS, Ultra, Ross y electrodos PerpHecT ROSS.

Todos los electrodos de pH ROSS tienen un intervalo de pH de 0 a 14, de precisión de pH de 0.01 y rango de temperatura de 0 a 100 ° C. Los Electrodo ROSS se pueden utilizar en muestras que contienen TRIS (hidroximetil) aminometano, sulfuros y proteínas ya que no contienen plata o mercurio.

Electrodos ROSS incorporan el sistema patentado ROSS que consiste en un sistema interno de referencia que proporciona estabilidad de la medida superior, de respuesta más rápida, una mayor exactitud y resultados más reproducibles que los electrodos convencionales. Los Electrodo ROSS tienen una doble La junta de referencia, por lo que la solución de relleno puede ser modificada para más asemejarse a la composición de la muestra de pH alto, bajo pH o soluciones no acuosas.

Los Electrodo ROSS proporcionan lecturas estables a pH 0,01 en menos de 30 segundos, incluso en el caso extremo de muestras diferentes uno de otro por 50 ° C o

Manual de laboratorio

más. Los resultados son de tres a cinco veces más precisos que los obtenidos con electrodos convencionales.

6. Interferencias

El electrodo de vidrio es relativamente inmune a las interferencias del color, turbidez, material coloidal, cloro libre, oxidante y reductor. La medición se afecta cuando la superficie de la membrana de vidrio está sucia con grasa o material orgánico insoluble en agua, que le impide hacer contacto con la muestra, por lo anterior se recomienda la limpieza escrupulosa de los electrodos. En muestras de un pH mayor a 10, se presenta el error del sodio, el cual puede ser reducido utilizando electrodos especiales de bajo error de sodio y haciendo las correcciones indicadas en el instructivo del electrodo.

7. Material y equipo.

- Thermo Scientific (ORION); modelo Star a329,
- Electrodo selectivo de pH
- Beaker de 100 ml para descartes
- Beaker de 50 ml para muestras
- Papel toalla
- Pizeta
- Solución buffer de pH 10, 7, 4

8. Reactivos y soluciones.

Tabla I6-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica I6

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Densidad (20°C)	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³	100 ml
Solución Buffer pH 10	-	-	-	5 ml
Solución Buffer pH 7	-	-	-	5 ml
Solución Buffer pH 4	-	-	-	5 ml

9. Acciones previas

Es responsabilidad del investigador revisar las condiciones del equipo a utilizar antes de poner en marcha, se debe verificar que las membranas de los electrodos se encuentren en perfecto estado, sin ralladuras y que se cuente con las soluciones tanto de relleno como de calibración para realizar dicha prueba.

10. Descripción del procedimiento.

10.1 Calibración del instrumento

Manual de laboratorio

Antes de proceder a la calibración, enjuagar el electrodo con agua destilada y secarlo.

Calibración automática y directa.

Uno de los cinco patrones de conductividad se puede utilizar para la calibración. Siempre utiliza Estándar fresco y seleccione las soluciones estándar que se encuentran cerca de la simple conductividad. Prepare la celda de conductividad de acuerdo con las instrucciones de la guía el uso de células de conductividad. Conectar la célula de conductividad y cualesquiera otros electrodos que se utilizarán para el metro. Encienda el medidor y ajustar el modo de medición de la conductividad.

Nota. Para una calibración automática, la constante de celda nominal de la célula de conductividad se debe introducir en el menú de configuración antes de realizar la calibración y utilizar los estándar de conductividad del Thermo Scientific Orion 100 S / cm, 1413 S / cm 12,9 mS / cm.

Nota. En la mayoría de las pantallas de calibración, presione f1 (esc) para volver al modo de medición sin guardar la calibración.

5. En el modo de medición, presione f1 (Cal). En las pantallas duales y múltiples de medición del canal, oprima \wedge o \vee destacar conductividad - canal y presione f2 (seleccionar).
6. Enjuague la celda de conductividad y cualquier otro electrodo en uso con agua destilada, secar con una pelusa - tejido libre y colocarlo en el estándar.
7. Cuando la célula de conductividad y estándar están listos, pulse f3 (comenzar)
8. Espere a que el valor de conductividad en el medidor se estabilice y deje de parpadear y realice una de las acciones siguientes características.
 - c. Presione f2 (aceptar) para aceptar el valor de conductividad indicados entonces.
 - d. Pulse F3 (editar) para acceder a la pantalla de entrada numérica y editar el valor estándar de conductividad
 - iv. Pulse \wedge , $>$, \vee o $<$ para resaltar un punto número decimal. Pulse F3 (enter) para seleccionar el elemento resaltado y repetir hasta que se muestre el valor de la Temperatura medida.
 - v. Presione f2 (hecho) para salir de la pantalla de entrada numérica.
 - vi. Presione f2 (aceptar) para aceptar el valor de conductividad introducido.
7. Presione f2 (siguiente) para continuar con el siguiente Estándar y repita los pasos 2 y 4 o pulse F3 (cal done) guardar y finalizar la calibración. Si se utilizan cinco estándares.
8. El medidor mostrará el resumen de calibración que incluye la constante de celda promedio calculado y exportar el registro de calibración de datos. Presione f1

Manual de laboratorio

(medición) para pasar a la modalidad de medición o presione f2 (impresión) para proceder al modo de medición y exportar los datos a una impresora o un ordenador.

10.2 Procedimiento General.

- Análisis de la muestra

Establecer un equilibrio entre los electrodos y la muestra mediante la agitación de la muestra para asegurar la homogeneidad; agitar suavemente para minimizar la absorción de dióxido de carbono. Para muestras bufferadas o con una alta fuerza iónica, acondicionar los electrodos después de la limpieza mediante la inmersión en la muestra durante 1 minuto. Secar y sumergir en una fracción fresca de la misma muestra, y leer el pH.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

Tipo de muestra: _____

Tabla I6-2: Recolección de datos práctica I6

Muestra	pH	Temperatura
1		
2		
3		
4		
5		

12. Precisión y sesgo

Por el uso cuidadoso de medidores de pH en el laboratorio con buenos electrodos, una precisión de ± 0.02 unidades de pH y una exactitud de ± 0.05 unidades de pH pueden ser alcanzadas. Sin embargo, ± 0.1 unidades de pH representan el límite de exactitud bajo condiciones normales, especialmente para mediciones de agua y de soluciones pobremente bufferadas. Por esta razón, reportar los valores de pH lo más cercano a 0.1 unidades de pH. Una muestra sintética de una solución buffer de Clark y Lubs de pH 7.3 fue analizada electrométricamente por 30 laboratorios con una desviación estándar de ± 0.13 unidades de pH.

13. Alternativas de análisis.

- Multiparámetro, Modelo:501, Marca: OAKTON
- Multiparámetro, Modelo:9828, Marca: HANNA
- Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico

14. Referencias

- Thermo Fisher Scientific Inc. Guía de usuario electrode selective de pH, Thermo Orion A329, México.

Práctica I7

“Análisis de pH. Instrumento: Medidor de pH, EC/TDS & temperatura HI 98129”

1. Introducción

La determinación del pH en el agua es una medida de la tendencia de su acidez o de su alcalinidad. Este método de prueba se utiliza para la determinación rutinaria del pH en agua, a condiciones controladas de laboratorio. El pH se mide en una escala de 0 a 14, el valor 7 es neutro. Un pH menor de 7.0 indica una tendencia hacia la acidez, mientras que un valor mayor de 7.0 muestra una tendencia hacia lo alcalino.

La mayoría de las aguas naturales tienen un pH entre 4 y 9, aunque muchas de ellas tienen un pH ligeramente básico debido a la presencia de carbonatos y bicarbonatos. Un pH muy ácido o muy alcalino, puede ser indicio de una contaminación industrial.

El valor del pH en el agua, es utilizado también cuando nos interesa conocer su tendencia corrosiva o incrustante, y en las plantas de tratamiento de agua.

2. Objetivo

- Determinar el valor de pH de una muestra de agua como parámetro de su calidad.
- Manejar de forma adecuada el medidor de pH, EC/TDS & temperatura HI 98129

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de pH de una muestra de agua a una temperatura dada por medio de instrumentos o aparatos que facilitan la obtención de su valor exacto.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de pH para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del método

5.1 Principio del valor del pH

La medición de pH es una de las más importantes y frecuentes pruebas utilizadas en la química del agua. Prácticamente cada fase de agua de suministro y tratamiento de aguas de desecho, por ejemplo: neutralizaciones ácido base, suavización del agua, precipitación, coagulación, desinfección, y control de la corrosión, son dependientes del pH. El pH es utilizado en las mediciones de alcalinidad y dióxido de carbono y en otras muchas de equilibrio ácido base.

Manual de laboratorio

A una temperatura dada, la intensidad del carácter ácido o alcalino de una solución es indicada por el pH o por la actividad del ion Hidrógeno. La alcalinidad y la acidez son las capacidades de neutralización ácido-base del agua y usualmente son expresados como mg CaCO₃ por litro. La capacidad buffer es la cantidad de fuerza ácida o alcalina, usualmente expresada en moles por litro, que necesita ser cambiada a valores de pH de un litro de muestra por una unidad. El pH como es definido por Sorensen es $-\log [H^+]$; es la intensidad del factor de acidez. El agua pura es débilmente ionizada.

6. Interferencias

La mayor interferencia podría presentarse debido a la diferencia de temperatura de las muestras. Asegúrese que se encuentren a la misma temperatura, dejando que se adapten al medio durante 1 hora previa a la medición.

7. Equipo y materiales

- Medidor de pH, EC/TDS & temperatura HI 98129
- 2 beakers de 50 ml
- 1 pizeta

8. Reactivos

Utilice agua de la llave

Tabla I7-1: Reactivos a utilizar en práctica I7

Nombre	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua	H ₂ O	50 ml	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----

9. Acciones previas

Las muestras para determinar pH, deberán ser tomadas en recipientes de polipropileno y asegurándose que estén bien tapadas, se recomienda analizar el pH lo más pronto posible y evitar la exposición al aire, en especial las muestras de aguas alcalinas, ya que el CO₂ del aire, tiende a reaccionar con la alcalinidad de la muestra y variar su pH.

10. Procedimiento

10.1 Procedimiento de Calibración

Para limpiar la calibración previa, presione el botón MODE después de entrar en el modo de calibración. La parte baja del LCD mostrará ESC por 1segundo y el instrumento retornará al modo normal de operación. El símbolo CAL en el display desaparecerá. El medidor será reseteado a la calibración por defecto.

Sets de Buffers de Calibración

1. Desde el modo de medición de pH presione y mantenga el botón MODE hasta que aparezca TEMP y la temperatura actual se desplegará en el display secundario.

Manual de laboratorio

2. Presione nuevamente el botón MODE y mostrará el actual set de buffers: pH 7.01 BUFF (para 4.01/7.01/10.01)
3. Presione el botón SET/HOLD para cambiar el valor del buffer.
4. Presione el botón MODE para retornar al modo normal de operación.

Calibración

1. Desde el modo de medición, presione y mantenga el botón MODE hasta que el símbolo CAL sea desplegado en el LDC inferior. Suelte el botón. El LCD desplegará pH 7.01 USE. El símbolo Cal pestañeará en el display.
2. Calibración de un solo punto.
 - a) Coloque el electrodo en cualquier buffer del set de buffers seleccionado (ej.; 7.01 o 4.01 o 10.01). El medidor reconocerá el buffer automáticamente.
 - Si se usa buffer 4.01 o 10.01 el display mostrará OK por 1 segundo y volverá al modo de medición.
 - Si se usa buffer 7.01 el medidor preguntará por el buffer 4.01 como segundo punto de calibración.
 - b) Presione el botón MODE para volver al modo de medición. NOTA: Siempre se recomienda efectuar calibración en dos puntos.
3. Calibración en dos puntos.
 - a) Coloque el electrodo el buffer 7.01. El medidor reconocerá el valor del buffer y mostrará pH 4.01 USE
 - b) Enjuague el electrodo cuidadosamente para eliminar contaminación.
 - c) Coloque el electrodo en el segundo buffer (pH 4.01 o pH 10.01).
 - d) Cuando el segundo buffer sea reconocido, el LCD mostrará OK por 1 segundo y el medidor retornará al modo normal de operación. El símbolo CAL indica que el equipo está calibrado.

10.2 Descripción de procedimiento

- b) Si el electrodo está seco, enjuague en solución de almacenamiento (HI70300) o pH 7.01 (HI7007) por al menos 1 hora para reactivarlo.
- c) Encender el medidor presionando y manteniendo el botón MODE por 2 o 3 segundos. Todos los segmentos del LCD estarán visibles por algunos segundos, seguido de la indicación de porcentaje de vida restante de la batería. Ej.: 100% BATT. Chequeando así el estado de batería.
- d) Para seleccionar las unidades de la temperatura (de °C a °F), desde el modo de medición, presione y mantenga el botón MODE hasta TEMP, y la temperatura actual se verá desplegada en la parte inferior del LCD. Ej.: TEMP °C. Use el botón SET/HOLD para cambiar la unidad de temperatura y presione el botón MODE un par de veces para volver al modo normal de medición.
- e) Seleccione el modo pH con el botón Set/Hold.
- f) Antes de tomar cualquier medición asegúrese que el instrumento está calibrado
- g) Enjuague el electrodo con agua de la llave cuidadosamente para eliminar cualquier contaminación. Luego de la limpieza, enjuague la sonda con la muestra a ser medida.

Manual de laboratorio

- h) Sumerja el electrodo en la solución a ser testeada. La medición estará tomada cuando el símbolo de estabilidad \oplus desaparezca. El valor de pH automáticamente compensado se mostrará en el LCD primario y el display secundario mostrará la temperatura de la muestra.
- i) Para congelar el display, presione el botón SET/HOLD por 2 o 3 segundos hasta que aparezca HOLD en el display secundario. Anote la medición.
- j) Presione nuevamente el botón SET/HOLD para retornar al modo normal de medición.
- k) Enjuague el electrodo con agua de la llave cuidadosamente para eliminar cualquier contaminación. Si seguirá tomando mediciones y son en diferentes muestras sucesivamente, luego de la limpieza, enjuague la sonda con la muestra a ser medida y repita los pasos anteriores (a partir del f). Importante: Tome por lo menos 5 mediciones por muestra.
- l) Cuando haya terminado de medir, enjuague y seque el electrodo. Apague el medidor presionando el botón MODE mientras está en modo normal de medición. Aparecerá OFF en la parte inferior del display. Suelte el botón.

Para más información de la calibración consulte el Manual del Equipo en la Carpeta de Archivos Digitales.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

Tipo de muestra: _____

Tabla I7-2: Recolección de datos de práctica I7

Muestra	pH	Temperatura
1		
2		
3		
4		
5		

12. Precisión de equipo

El medidor Hanna Instrument HI98129 posee un rango de temperatura 0.0 a 60.0°C, pH 0.00 a 14.00, EC 0 a 3999 μ S/cm, TDS 0.00 a 2000ppm. Tiene una exactitud (20°C) de Temp \pm 0.5°C, EC/TDS \pm 2% f.s., pH \pm 0.01. La compensación de temperatura para pH es automática y para EC/TDS con β =0.0 a 2.4%.

13. Alternativas de análisis

Usar equipos e instrucciones detallados en las prácticas I5 e I6.

14. Bibliografía.

- HANNA Instruments. (2014). Manual de instrucciones HI 98129 – HI 98130 Medidor de pH, EC/TDS & temperatura resistente al agua. Mayo 20, 2014. Sitio web: <http://www.hannainst.es/catalogo-productos/medidores-de-bolsillo-o-testers/combinados/tester-medidor-de-phcetdstemperatura--hi-98129-y-hi-98130-combo-waterproof>

Práctica I8

“Determinación sólidos totales disueltos con HI 98129”

1. Introducción

El término sólido hace referencia a la materia suspendida o disuelta en un medio acuoso. Una de las características físicas más importantes del agua es el contenido total de sólidos, esta incluye la materia en suspensión, la materia sedimentable, la materia coloidal y la materia disuelta. La determinación de sólidos disueltos totales mide específicamente el total de residuos sólidos filtrables (sales y residuos orgánicos).

Los sólidos disueltos pueden afectar adversamente la calidad de un cuerpo de agua o un efluente de varias formas; las aguas para el consumo humano, con un alto contenido de sólidos disueltos, son por lo general de mal agrado para el paladar y pueden inducir una reacción fisiológica adversa en el consumidor. Por esta razón los análisis de sólidos disueltos son también importantes como indicadores de la efectividad de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas usadas.

2. Objetivo

- Determinar la cantidad de Sólidos Totales Disueltos de una muestra de agua.
- Utilizar el medidor de pH, EC/TDS & temperatura HI 98129

3. Alcance

El medidor de pH, EC/TDS & temperatura HI 98129 es apto para agua, se puede utilizar para todo tipo de aguas.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico el buen uso de los instrumentos de laboratorio y de realizar buenas mediciones durante la práctica de laboratorio para posteriormente obtener buenos resultados durante los cálculos.

5. Principio del método

El agua de lluvia no tiene sólidos disueltos. Por lo que tiene cero TDS. Sin embargo, cuando entra en contacto con el suelo, la lluvia se disolverá fertilizantes, sales y minerales, desechos animales, pesticidas, además de otros productos químicos que pueden estar en el suelo de los coches y la contaminación industrial. Incluso las plantas en descomposición tienen productos químicos que se disuelven. El agua puede también recoger más sólidos, ya que pasa a través de tuberías de cobre. Así que estos sólidos disueltos pueden ser una multitud de productos químicos.

Los productos químicos más comunes contados en las pruebas de TDS son sales como cloruro de sodio (sal de mesa), cloruro de calcio (sal para carreteras heladas) y fertilizantes como el nitrato de amonio, diversos fosfatos, y diversas sales de potasio (carbonato de potasio, cloruro de potasio, sulfato de potasio). También hay minerales

Manual de laboratorio

disueltos como el carbonato de calcio (piedra caliza) o carbonato de magnesio y sulfato de calcio (material de yeso / yeso) o sulfato de magnesio (sales de Epsom).

Hay miles de otros químicos en el agua, pero TDS mira a todos ellos como un grupo (una sola lectura).

TDS a veces se mide en partes por millón (ppm). En esta situación, partes de sólidos disueltos significaría gramos de sólidos disueltos se encuentran en un millón de gramos de agua. Si las "partes por millón" se dividen por 1.000, gramos de sólidos disueltos se convierten en miligramos, y un millón de gramos se convierte en 1.000 gramos. Así TDS también se expresa en miligramos de sólidos disueltos por cada 1000 gramos de la muestra de agua. Desde 1000 gramos de agua es la masa de 1 litro de agua, TDS se expresa a menudo como miligramos (mg) de sólidos disueltos por litro de agua. Observe que la pantalla de este metro dice "mg / l". Además, los botones tienen mg / L.

Un medidor de TDS indica el total de sólidos disueltos (TDS) de una solución, es decir, la concentración de sólidos disueltos en ella. Dado que los sólidos disueltos ionizados tales como sales y minerales aumentan la conductividad de una solución, las medidas un medidor de TDS de la conductividad de la solución y estima el TDS de eso.

Sólidos orgánicos disueltos, como el azúcar y las partículas sólidas microscópicas tales como coloides, no afectan significativamente a la conductividad de una solución para un medidor de TDS no los incluye en su lectura.

6. Interferencias

- Utilice un vaso plástico para minimizar interferencias electromagnéticas en el instrumento.
- La mayor interferencia podría presentarse debido a la diferencia de temperatura de las muestras. Asegúrese que se encuentren a la misma temperatura, dejando que se adapten al medio durante 1 hora previa a la medición

7. Equipos y materiales

- Medidor de pH, EC/TDS & temperatura
- 2 beakers de 50 ml
- 1 pizeta

8. Reactivos

Tabla 18-1: Reactivos a utilizar en práctica 18

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua	---	H ₂ O	50 ml	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----

9. Acciones previas

- Asegúrese de que el medidor este está acorde con las condiciones ambientales en que va a ser usado. El bulbo de vidrio al final del electrodo es sensible a descargas electrostáticas. Siempre evite tocar el bulbo de vidrio. Para evitar choques eléctricos no use este instrumento cuando la superficie a medir exceda los 24VAC o 60VDC.
- Deben tomarse un mínimo de 500 ml de muestra en envases de polietileno y taparse inmediatamente después de la colecta. Pueden utilizarse muestras compuestas o simples.
- No se requiere de ningún tratamiento específico en campo.
- Debe preservarse la muestra a 4°C hasta su análisis.
- El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 h posteriores a su colecta. Las muestras deben estar a temperatura ambiente al momento del análisis.

10. Procedimiento

10.1 Procedimiento de Calibración

Para cambiar el factor de conversión (CONV) y el coeficiente de temperatura β (Beta) en EC/TDS

- Desde el modo medición, presione y mantenga el botón MODE hasta que aparezca TEMP y la temperatura actual será desplegada en la parte inferior del display.
- Presione el botón MODE nuevamente para mostrar el factor de conversión actual. Ej.: 0.50 CONV.
- Presione el botón SET/HOLD para cambiar el factor de conversión
- Presione el botón MODE para mostrar el actual coeficiente de temperatura β (Beta).
- Presione el botón SET/HOLD para cambiar el coeficiente de temperatura β (Beta).
- Presione el botón MODE para retornar al modo normal de medición.

Procedimiento de calibración

1. Desde el modo de medición, presione y mantenga el botón MODE hasta que el LCD muestre CAL.
2. Suelte el botón y sumerja la sonda en la solución de calibración apropiada: HI7031 (1413 μ S/cm).
3. Una vez que la calibración se efectúe automáticamente, el display mostrará OK por 1 segundo y retornará al modo normal de medición.
4. Desde aquí, es conocida la relación entre EC y TDS, por lo que no se requiere calibración en TDS.
5. El símbolo CAL indica que el equipo está calibrado.

10.2 Descripción del procedimiento

- a) Si el electrodo está seco, enjuague en solución de almacenamiento (HI70300) o pH 7.01 (HI7007) por al menos 1 hora para reactivarlo.
- b) Encender el medidor presionando y manteniendo el botón MODE por 2 o 3 segundos. Todos los segmentos del LCD estarán visibles por algunos segundos, seguido de la indicación de porcentaje de vida restante de la batería. Ej.: 100% BATT. Chequeando así el estado de batería.
- c) Para seleccionar las unidades de la temperatura (de °C a °F), desde el modo de medición, presione y mantenga el botón MODE hasta TEMP, y la temperatura actual se verá desplegada en la parte inferior del LCD. Ej.: TEMP °C. Use el botón SET/HOLD para cambiar la unidad de temperatura y presione el botón MODE un par de veces para volver al modo normal de medición.
- d) Seleccione el modo TDS con el botón SET/HOLD.
- m) Antes de tomar cualquier medición asegúrese que el instrumento está calibrado (ver manual HI98129 anexo)
- e) Enjuague el electrodo con agua de la llave cuidadosamente para eliminar cualquier contaminación. Luego de la limpieza, enjuague la sonda con la muestra a ser medida.
- f) Sumerja el electrodo en la solución a ser medida. Utilice un vaso plástico para minimizar interferencias electromagnéticas. La medición estará tomada cuando el símbolo de estabilidad ⊕ desaparezca. El valor de TDS automáticamente compensado se mostrará en el LCD primario y el display secundario mostrará la temperatura de la muestra.
- g) Para congelar el display, presione el botón SET/HOLD por 2 o 3 segundos hasta que aparezca HOLD en el display secundario. Anote la medición.
- h) Presione nuevamente el botón SET/HOLD para retornar al modo normal de medición.
- i) Enjuague el electrodo con agua de la llave cuidadosamente para eliminar cualquier contaminación. Si seguirá tomando mediciones y son en diferentes muestras sucesivamente, luego de la limpieza, enjuague la sonda con la muestra a ser medida y repita los pasos anteriores (a partir del f). Importante: Tome por lo menos 5 mediciones por muestra.
- j) Cuando haya terminado de medir, enjuague y seque el electrodo. Apague el medidor presionando el botón MODE mientras está en modo normal de medición. Aparecerá OFF en la parte inferior del display. Suelte el botón.
- k) Para el almacenamiento ver anexo digital

11. Cálculos y expresión de resultados

Tipo de muestra: _____

Tabla 18-2: Recolección de datos de práctica 18

Muestra	Total de sólidos disueltos (mg/L)	Temperatura
1		
2		
3		
4		
5		

12. Precisión de equipo

El medidor Hanna Instrument HI98129 posee un rango de temperatura 0.0 a 60.0°C, pH 0.00 a 14.00, EC 0 a 3999 μ S/cm, TDS 0.00 a 2000ppm. Tiene una exactitud (20°C) de Temp \pm 0.5°C, EC/TDS \pm 2% f.s., pH \pm 0.01. La compensación de temperatura para pH es automática y para EC/TDS con β =0.0 a 2.4%.

13. Alternativas de análisis

El total de sólidos disueltos se puede medir también por métodos gravimétricos

14. Referencias

HANNA Instruments. (2014). Manual de instrucciones HI 98129 – HI 98130 Medidor de pH, EC/TDS & temperatura resistente al agua. Mayo 20, 2014. Sitio web: <http://www.hannainst.es/catalogo-productos/medidores-de-bolsillo-o-testers/combinados/tester-medidor-de-phcetdstemperatura--hi-98129-y-hi-98130-combo-waterproof>

SECCION II. METALES.

SECCION II.

DETERMINACION DE METALES.

Cód.

- A9 Calcio. Método valoración complejométrica.
- A13 Níquel. Método Gravimétrico.
- I12 Potasio. Método Thermo orion Scientific star A329
- I13 Calcio. Método Thermo orion Scientific star A329
- I14 Hierro. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102
- I15 Hierro. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800
- I16 Manganeso. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800

Práctica A9.

“Determinación de Calcio. Método titulométrico con EDTA”

1. Introducción

El calcio es el 5° elemento en orden de abundancia en la corteza terrestre, su presencia en las aguas naturales se debe al su paso sobre depósitos de piedra caliza, yeso y dolomita. La cantidad de calcio puede variar desde cero hasta varios cientos de mg/l, dependiendo de la fuente y del tratamiento del agua.

Las aguas que contienen cantidades altas de calcio y de magnesio, se les da el nombre de "aguas duras". Las concentraciones de calcio en aguas varían mucho, pero en general suelen ir asociadas al nivel de mineralización; por esta misma razón, las aguas subterráneas habitualmente presentan contenido mayores a las superficiales correspondientes.

Concentraciones bajas de carbonato de calcio, previenen la corrosión de las tuberías metálicas, produciendo una capa delgada protectora. Cantidades elevadas de sales de calcio, se descomponen al ser calentadas, produciendo incrustaciones dañinas en calderas, calentadores, tuberías y utensilios de cocina; también interfieren con los procesos de lavado doméstico e industrial, ya que reaccionan con los jabones, produciendo jabones de calcio insolubles, que precipitan y se depositan en las fibras, tinas, regaderas, etc.

2. Objetivo

- Determinación de ion calcio en muestras de aguas utilizando el método titulométrico con EDTA

3. Alcance

Este método es aplicable a la determinación de Calcio en aguas de apariencia clara, su límite inferior de detección es de 2 a 5 mg/l como CaCO_3 , su límite superior, puede extenderse a cualquier concentración, diluyendo la muestra.

4. Responsabilidades

Las precauciones habituales son suficientes si se tiene cuidado para re disolver cualquier carbonato de calcio que puede precipitar en reposo.

5. Principio Del Método

5.1 Métodos volumétricos.

La valoración o titulación es un método de análisis químico cuantitativo en el laboratorio, que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo conocido. Debido a que las medidas de volumen juegan un papel fundamental en las titulaciones, se le conoce también como análisis volumétrico.

Un reactivo llamado “valorante” o “titulador”, de volumen y concentración conocida (una solución estándar o solución patrón) se utiliza para que reaccione con una solución del analito, de concentración desconocida. Utilizando una bureta calibrada para añadir el valorante es posible determinar la cantidad exacta que se ha consumido cuando se alcanza el punto final. El punto final es el punto en el que finaliza la valoración, y se determina mediante el uso de un indicador. Idealmente es el mismo volumen que en el punto de equivalencia—el número de moles de valorante añadido es igual al número de moles de analito, algún múltiplo del mismo. En la valoración clásica ácido fuerte-base fuerte, el punto final de la valoración es el punto en el que el pH del reactante es exactamente 7, y a menudo la solución cambia en este momento de color de forma permanente debido a un indicador. Sin embargo, existen muchos tipos diferentes de valoraciones. Pueden usarse muchos métodos para indicar el punto final de una reacción: a menudo se usan indicadores visuales (cambian de color).

En una titulación o valoración ácido-base simple, puede usarse un indicador de pH, como la fenolftaleína, que es normalmente incolora pero adquiere color rosa cuando el pH es igual o mayor que 8.2. Otro ejemplo es el naranja de metilo, de color rojo en medio ácido y amarillo en disoluciones básicas. No todas las titulaciones requieren un indicador. En algunos casos, o bien los reactivos o los productos son fuertemente coloreados y pueden servir como "indicador". Por ejemplo, una titulación o valoración redox que utiliza permanganato de potasio como disolución estándar (rosa/violeta) no requiere indicador porque sufre un cambio de color fácil de detectar pues queda incolora al reducirse el permanganato. Después del punto de equivalencia, hay un exceso de la disolución titulante (permanganato) y persiste un color rosado débil que no desaparece.

Debido a la naturaleza logarítmica de la curva de pH, las transiciones en el punto final son muy rápidas; y entonces, una simple gota puede cambiar el pH de modo muy significativo y provocar un cambio de color en el indicador. Hay una ligera diferencia entre el cambio de color del indicador y el punto de equivalencia de la titulación o valoración. Este error se denomina error del indicador. Por este motivo es aconsejable efectuar determinaciones en blanco con el indicador y restarle el resultado al volumen gastado en la valoración.

5.2 Determinación de calcio.

Los iones calcio y magnesio forman complejos estables con etilendiaminotetraacetato disódico. Si el pH es suficientemente alto (12 o 13) como para que el magnesio precipite como hidróxido, el calcio puede ser determinado directamente. El punto final de la titulación es detectado por el indicador Murexida, el que vira de rosado a púrpura en el punto final.

6. Interferencias

En muestras que contienen fósforo en concentraciones mayores a 50 mg/l, no se puede usar este método para la determinación de calcio.

Manual de laboratorio

7. Material y equipo.

- Matraz erlenmeyer de 250 ml
- Matraz erlenmeyer de 500 ml
- Buretas de 50 ml
- Pipetas aforadas de 10 ml
- Pipetas graduadas de 1 ml
- Mortero
- Embudo
- Espátula

8. Reactivos y soluciones

Tabla A9-1: Reactivos a utilizar en práctica A9

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de solución
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-	-	-
Cloruro de sodio	NaCl	58.44 g/mol	Sól.	2.17 g/cm ³	R 36, 37, 38 S26 S36	20 g	-
Hidróxido de sodio	NaOH	40.01 g/mol	10N	(PURO) 2.13 g/cm ³	R 35 S 26, 37/39, 45	-	-
Negro de Eriocromo-T (NET)	C ₂₀ H ₁₂ N ₃ NaO ₇ S	461.38 g/mol	Sól.	-	R 36, 51/53 S 26, 61	0.05 g	-
Murexida	C ₈ H ₈ N ₆ O ₆	284.19 g/mol	Sól.	-	-	20 mg	-
Etilendiaminotetra-acetato disódico dihidratado	C ₁₀ H ₁₄ O ₈ N ₂ Na ₂ ·2H ₂ O	292.25 g/mol	Sól.	0.86 g/cm ³	R36-52/53 S61	0.93075 g	250 ml
Etilendiaminotetra-acetato disódico dihidratado	C ₁₀ H ₁₄ O ₈ N ₂ Na ₂ ·2H ₂ O	292.25 g/mol	Sól.	0.86 g/cm ³	R36-52/53 S61	0.4716 g	100 ml
cloruro de amonio	NH ₄ Cl	53.49 g/mol	Sól.	1.52 g/cm ³	R 22, 36 S 22	6.76 g	100 ml
hidróxido de amonio	NH ₄ OH	35.05 g/mol		0.898 g/cm ³	R 36/37/38	57.2 ml	100 ml
Carbonato de calcio	CaCO ₃	100.09 g/mol		2.7 g/cm ³	R 36 S 2, 46	0.1 g	100 ml
Rojo de metilo	C ₁₅ H ₁₅ N ₃ O ₂	269.31 g/mol		0.87 g/cm ³	R 10 S 7, 16	100 mg	100 ml
Ácido clorhídrico	HCl	36.46 g/mol	6N	1.184 g/cm ³	R 35,37 S 26, 36/37/39, 45	5 ml	5 ml
Sulfato de magnesio heptahidratado	MgSO ₄ ·7H ₂ O	246.48 g/mol		1.68 g/cm ³		312 mg	100 ml

9. Acciones Previas

Recolectar la muestra en recipiente de plástico o vidrio. Acidificar con HNO_3 hasta $\text{pH} < 2$. La muestra puede ser almacenada hasta 6 meses.

10. Descripción del procedimiento.

10.1 Preparación de reactivos.

- a) Reactivo indicador Negro de Eriocromo-T (NET)
- b) Mezclar 0.05 g de NET con 10 g de NaCl. Pulverizar en mortero.
- c) Reactivo indicador Murexida: mezclar 20 mg de murexida con 10 g de NaCl y pulverizar la mezcla en mortero.
- d) Solución titulante de EDTA 0.01M: disolver 0.973075 g de etilendiaminotetraacetato disódico dihidratado en agua destilada y diluir a 250 ml. Guardar en botella de plástico. Titular contra solución patrón de calcio.
- e) Solución Buffer: disolver 0.4716 g de etilendiaminotetraacetato disódico dihidratado y 312 mg de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ o 644 mg de $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Agregar a esta solución 6.76 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) y 57.2 ml de hidróxido de amonio NH_4OH concentrado. Mezclar y diluir a 100 ml con agua destilada. Guardar en botella de plástico.
- f) Solución estándar de calcio: pesar 0.1 g de CaCO_3 anhidro seco (estándar primario) en un matraz Erlenmeyer de 500 ml. Colocar un embudo en el matraz y agregar lentamente solución de HCl 6N hasta que todo el carbonato de calcio se halla disuelto. Agregar 20 ml de agua destilada y hervir 5 minutos para eliminar completamente el CO_2 . Enfriar, agregar unas gotas de rojo de metilo y ajustar al color intermedio naranja agregando solución 3N de NH_4OH Transferir cuantitativamente y enrasar a 100 ml con agua destilada.

10.2 Procedimiento general.

10.2.1 Titulación de la solución de EDTA

- a) Tomar 10.0 ml de solución estándar de calcio y diluir a 50 ml en un matraz erlenmeyer. Agregar 1.0 ml de solución buffer. El pH deberá estar entre 10.0 ± 0.1 , en caso contrario descartar la solución buffer.
- b) Agregar una punta de espátula del reactivo indicador negro de eriocromo-T. Titular con solución de EDTA lentamente y agitando continuamente hasta viraje del color de la solución de rosado a azul. Completar la titulación dentro de los cinco minutos siguientes al agregado de la solución buffer.

10.2.2 Titulación de la muestra

- Tomar en un erlenmeyer de 250 ml un volumen de muestra que requiera un gasto de EDTA menor a 15 ml. Diluir la muestra a 50 ml con agua destilada. Agregar 1 o 2 ml de solución NaOH 10 N. El pH deberá estar entre 12 y 13.
- Agregar una punta de espátula de reactivo indicador de murexida. Titular con solución de EDTA inmediatamente después de agregar el reactivo indicador. Agregar el EDTA lentamente y agitando continuamente hasta viraje de color de la solución de rosado a púrpura. Luego del punto final agregar 1 o 2 gotas más de la solución de EDTA para verificar que el color no cambia.

11. Cálculos y Expresión De Resultados

$$T = \frac{P * V_1}{G_1}$$

Dónde:

- T : mg de CaCO₃ equivalentes a 1000 ml de EDTA
- P : mg CaCO₃ /l de la solución estándar de calcio
- V1: volumen de solución estándar de calcio tomados en la titulación de la solución de EDTA, (10.0 ml)
- G1: gasto de la solución de EDTA consumidos en su titulación

$$\text{Dureza de calcio, mg} \frac{\text{CaCO}_3}{\text{l}} = \frac{T * G_2}{V_2}$$
$$\text{Calcio,} \frac{\text{mg}}{\text{l}} = \frac{T * G_2}{V_2 * 2.5}$$

Dónde:

- V2: volumen de muestra tomados para la determinación, ml
- G2: gasto de solución de EDTA consumidos en la titulación de la muestra, ml

12. Precisión y sesgo.

La precisión de las medidas volumétricas depende del ojo del observador y de la habilidad en el manejo de equipo instrumental de laboratorio por parte del investigador, además también del conocimiento teórico de las técnicas correctas para la utilización de equipo volumétrico.

13. Referencias.

- American Public Health Association. (1992). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. (18th Edition). Washington.

Práctica A10.

“Determinación de níquel. Método Gravimétrico”

1. Introducción

La formación y el crecimiento de precipitados coloidales y cristalinos son temas de gran importancia tanto en química analítica como en otras áreas de la ciencia. Estos precipitados se utilizan en el análisis gravimétrico, así como en la separación de interferencias en otros procedimientos analíticos.

Los métodos gravimétricos de análisis se basan en los registros de masa realizados con una balanza analítica. En la gravimetría por precipitación, el analito se separa de la muestra en disolución, como un precipitado y se convierte en un compuesto de composición conocida que se puede pesar.

2. Objetivos

- Determinar cuantitativamente el níquel, como dimetilgloximato de níquel, contenido en agua

3. Alcance

Los métodos gravimétricos de análisis se basan en los registros de masa realizados con una balanza analítica. En la gravimetría por precipitación, el analito se separa de la muestra en disolución, como un precipitado y se convierte en un compuesto de composición conocida que se puede pesar.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principios Del Método.

5.1 Método gravimétrico.

En química analítica, el análisis gravimétrico o gravimetría consiste en determinar la cantidad proporcionada de un elemento, radical o compuesto presente en una muestra, eliminando todas las sustancias que interfieren y convirtiendo el constituyente o componente deseado en un compuesto de composición definida, que sea susceptible de pesarse. La gravimetría es un método analítico cuantitativo, es decir, que determina la cantidad de sustancia, midiendo el peso de la misma con una balanza analítica y por último sin llevar a cabo el análisis por volatilización.

Los cálculos se realizan con base en los pesos atómicos y moleculares, y se fundamentan en una constancia en la composición de sustancias puras y en las relaciones ponderales (estequiometría) de las reacciones químicas.

5.1.1 Métodos utilizados en el análisis gravimétrico

Método por precipitación: Técnica analítica clásica que se basa en la precipitación de un compuesto de composición química conocida tal que su peso permita calcular mediante relaciones, generalmente estequiométricas, la cantidad original de analito en una muestra.

En este tipo de análisis suele prepararse una solución que contiene al analito ya que éste está en solución madre, a la que posteriormente se agrega un agente precipitante, que es un compuesto que reacciona con el analito en la solución para formar un compuesto de muy baja solubilidad. Posteriormente se realiza la separación del precipitado de la solución madre empleando técnicas.

En este método el analito es convertido en un precipitado poco soluble, luego se filtra, se purifica, es convertido en un producto de composición química conocida y se pesa.

Para que este método pueda aplicarse se requiere que el analito cumpla ciertas propiedades:

- Baja solubilidad
- Alta pureza al precipitar
- Alta filtrabilidad
- Composición química definida al precipitar

5.2 Determinación de níquel en agua.

El níquel es un elemento natural muy abundante. El níquel puro es un metal duro, blanco-plateado que puede combinarse con otros metales, tales como el hierro, cobre, cromo y cinc para formar aleaciones. Estas aleaciones se usan para fabricar monedas, joyas, y artículos tales como válvulas e intercambiadores de calor. La mayor parte del níquel se usa para fabricar acero inoxidable.

La determinación se basa en la precipitación cuantitativa de Ni (II) empleando dimetilglioxima (DMG) como reactivo precipitante. El contenido de Ni (II) se calcula a partir del peso del precipitado obtenido (determinación gravimétrica).

6. Interferencias.

Si en la muestra se halla presente el ion Fe^{3+} (aceros al níquel) es necesario eliminarlo con un reactivo que capture al catión, como es el ácido tartárico. El ion Fe^{+2} no interviene.

7. Material y Equipo

- Balanza
- Vaso de precipitado de 600 ml
- Vidrio reloj
- Papel filtro
- Equipo de filtración
- Hotplate
- Agitador de vidrio
- Pipeta aforada de 25 ml

8. Reactivos y Soluciones

Tabla A10-1: Reactivos a utilizar en práctica A10

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	Volumen de solución	PM	Densidad	Frases R y S
Ácido Clorhídrico	37%	HCl	2 ml	----	36.46 g/mol	1190 kg/m ³	R35 R37 S26 S36/37/39 S45
Dimetil gloxima	1%	C ₄ H ₈ N ₂ O ₂	1 g	100 ml	116.12 g/mol	-----	R22 S24/25
Amoniaco	----	NH ₃	2ml	2 ml	17.03 g/mol	0.73 kg/m ³	R10 R23 R34 R50 S1/2 S9 S16 S26 S36/37/39 S45 S61

9. Acciones Previas

- Los resultados más reales son obtenidos de muestras frescas. Si las muestras van a ser analizadas durante las 24 horas de su obtención, hay que refrigerar sin acidificar a 4° C.
- Para la preservación de las muestras por más de 28 días hay que congelarlas a -20°C, o conservar las muestras acidificando a pH<2 y almacenar a 4°C.
- Si se conservan las muestras con ácido, se deben neutralizar con una base fuerte antes de realizar la determinación.

ADVERTENCIA: aunque la acidificación es conveniente para algunos tipos de muestras, esta produce interferencias cuando el amonio está presente en sólidos sin filtrar.

10. Descripción del procedimiento.

10.1 Preparación de reactivos.

- Solución Dimetilglioxima 1%: Disolver 1 gramo de dimetilglioxina en 100 ml de agua destilada.
- Solución Amoniaco 1:1: Disolver 2 ml de amónico en 2 ml de agua destilada.

10.2 Procedimiento general.

- Tomar 25.0 ml de muestra y llevarlo a un vaso de precipitado de 600 ml. Se diluye hasta unos 200 ml por adición de agua destilada. Si la muestra contiene demasiados residuos realizar una filtración previa para eliminar los contaminantes que puedan estar presentes en la muestra.
- A la disolución se le agregan 5 gotas de HCl concentrado. Se calienta hasta unos 80°C. Se añaden 25 ml de solución de dimetilglioxima al 1%* y después NH₃ 1:1 hasta reacción ligeramente alcalina (comprobar con papel indicador).
- Dejar en reposo 1/2 hora calentando suavemente (acaso en baño maría). Agregar unas gotas de NH₃ 1:1 para reponer el evaporado.
- Filtrar la muestra.
- Desecar a 110-120°C durante una hora (mejor hasta pesada constante) y pesar.
- Expresar el resultado en g/l de Ni²⁺

11. Cálculos y Expresión De Resultados

Tabla A10-2: Recolección de datos de práctica A10

Muestra	PPFP (g)	PPF (g)
1		
2		
3		

$$GN = PPFP - PPF$$

Dónde:

PPFP = Peso del papel filtro con el precipitado.

PPF = Peso del papel filtro.

- Níquel en muestra: gramos de precipitado X factor Gravimétrico
- Nota. Para este caso se usa factor gravimétrico de 0.2032

12. Precisión y sesgo.

Gracias a todos los adelantos tecnológicos para determinar el peso, la precisión de los análisis gravimétricos se encuentra en el orden de 0.1%. Sin embargo es necesario tener un material de alta pureza y físicamente homogéneo para alcanzar este nivel de precisión en la práctica. La pureza química, homogeneidad del material que se pesa y el porcentaje de recuperación limitan la exactitud y precisión de los análisis gravimétricos.

13. Alternativas de análisis.

- Determinación de níquel por espectrofotometría ultravioleta visible.

14. Referencias:

- Flores A. (2012) “Determinación gravimétrica de níquel en agua”, Universidad de panamá, Facultad de ciencias naturales y ciencias exactas, Ciudad de panamá, panamá.

Práctica I12.

“Determinación de Potasio. Método ion selectivo. Instrumento: Orion Star A329 portable pH/ISE/Conductivity/RDO/DO meter”

1. Introducción

El potasio es un elemento químico que ocupa un lugar intermedio dentro de la familia de los metales alcalinos después del sodio y antes del rubidio. Este metal reactivo es ligero y blando. Se parece mucho al sodio en su comportamiento en forma metálica.

El potasio puede ser encontrado en vegetales, frutas, patatas, carne, pan, leche y frutos secos. Juega un importante papel en los sistemas de fluidos físicos de los humanos y asiste en las funciones de los nervios. Cuando los riñones no funcionan bien se puede dar la acumulación de potasio. Esto puede llevar a cabo una perturbación en el ritmo cardíaco.

Junto con el nitrógeno y el fósforo, el potasio es uno de los macronutrientes esenciales para la supervivencia de las plantas. Su presencia es de gran importancia para la salud del suelo, el crecimiento de las plantas y la nutrición animal. Las consecuencias de niveles bajos de potasio se muestran por variedad de síntomas: restricción del crecimiento, reducción del florecimiento, cosechas menos abundantes y menor calidad de producción.

Elevados niveles de potasio soluble en el agua pueden causar daños a las semillas en germinación, inhiben la toma de otros minerales y reducen la calidad del cultivo.

2. Objetivos

- Determinar la concentración de potasio en muestras aguas.
- Utilizar el método de electrodo selectivo de potasio.

3. Alcance

Muestras que contienen de 0,1 a 1000 mg de K^+/l pueden ser analizados. Para medir concentraciones superiores, diluir la muestra.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principio Del Método

5.1 Definiciones.

Anión: Los iones cargados negativamente, producidos por haber más electrones que protones.

Cationes: Iones cargados positivamente, consecuencia de una pérdida de electrones.

Dilución: Es el bajar la concentración de una solución, mediante la adición de más solvente.

Electrodo de referencia: En muchas aplicaciones es deseable que el potencial de media celda de uno de los electrodos sea conocido, constante y completamente insensible a la composición de la solución en estudio. Un electrodo con estas características, se denomina electrodo de referencia.

Electrodo ion selectivo: Es un sensor que convierte la actividad de un ion específico disuelto en una solución en un potencial eléctrico, el cual se puede medir con un voltímetro o PH-metro.

Ion: Es una partícula cargada eléctricamente constituida por un átomo o molécula que no es eléctricamente neutra.

Método del ion selectivo: La medición de ion selectivo es un método para la determinación de las concentraciones de iones disueltos. Entre los ejemplos de cationes y aniones que pueden medirse directamente en las soluciones se encuentran los del potasio, sodio, flúor o cloruro.

Potenciometría: Medición de un potencial en una celda electroquímica. Es el único método electroquímico en el que se mide directamente un potencial de equilibrio termodinámico y en el cual esencialmente no fluye corriente neta.

Potencial químico termodinámico: El potencial químico de un sistema termodinámico es el cambio de energía que experimentaría el sistema si fuera introducida en éste una partícula adicional, manteniendo la entropía y el volumen constantes.

Solución Stock: O solución madre es una solución concentrada que se diluye a alguna concentración inferior para el uso real. Las soluciones madre se utilizan para ahorrar tiempo de preparación, la conservación de materiales, reducir el espacio de almacenamiento, y mejorar la precisión con la que se preparan las soluciones de menor concentración de trabajo.

5.2 Método potenciométrico.

El ion potasio se mide potenciométricamente usando un electrodo selectivo de iones de potasio y una doble unión, electrodo de referencia de tipo manga. El análisis es realizado, ya sea con un medidor de pH que tiene una escala de milivoltios ampliado capaz de ser leído al 0,1 mV o un medidor de iones específico que tiene una escala de concentración directa de potasio más cercano.

Antes de la medición, se añade un reactivo de ajuste de la fuerza iónica a ambos estándares y las muestras para mantener una fuerza iónica constante. La respuesta del

Manual de laboratorio

electrodo se mide en soluciones estándar con concentraciones de potasio que abarca la gama de interés utilizando una línea de calibración derivada ya sea por el metro instrumento o manualmente. La respuesta del electrodo en soluciones de muestra se mide siguiendo el mismo procedimiento y la concentración de potasio determinado a partir de la línea de calibración o instrumento de lectura directa.

5.3 Orion Star A329 portable pH/ISE/Conductivity/RDO/DO meter

Estos medidores son capaces de medir pH, mV, mV relativos (RmV), ORP, ISE, conductividad, TDS, salinidad, resistividad, oxígeno disuelto y la temperatura en ° C o ° F.

6. Interferencias

Aunque más sensible al potasio, el electrodo de potasio se responde a otros cationes en concentraciones altas, lo que puede resultar en un sesgo positivo. Tabla 1 enumera la concentración de cationes comunes causando un error de 10 % a varias concentraciones de cloruro de potasio con un fondo fuerza iónica de cloruro de sodio 0.12N. De los cationes enumerados, ion amonio es más a menudo presente en las muestras en concentraciones suficientemente altas como para dar lugar a un sesgo significativo. Se puede convertir a amoníaco gaseoso mediante el ajuste a $\text{pH} > 10$.

Un electrodo expuesto a cationes interferentes tiende a desviarse y responder con lentitud. Para restaurar el rendimiento normal de remojo electrodo durante 1 h en agua destilada y luego durante varias horas en una solución de potasio estándar.

Tabla I12-1: Concentración De Cationes Que Interfieren A Diferentes Concentraciones De Potasio

Cación	Concentración que causa 10% error mg/l		
	K conc:1 mg/l	K conc:10 mg/l	K conc:100 mg/l
Cs ⁺	1	10	100
NH ₄ ⁺	2.7	27	270
Tl ⁺	31.4	314	3140
Ag ⁺	2765	27650	276500
Tris ⁺	3105	31050	310500
Li ⁺	356	3560	35600
Na ⁺	1179	11790	117900
H ⁺	3.6	2.6	1.6

7. Material y equipo.

- Thermo Scientific Orión A329
- Electrodo Ion selectivo de Potasio.
- Beaker 50 ml
- Matraz aforado 25ml
- Balanza
- Vidrio reloj
- Probeta 25 ml
- 5 vasos de precipitados 50 ml
- Espátula

8. Reactivos y soluciones

Tabla I12-2: Reactivos a utilizar en práctica I12

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Solución
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-		----
Cloruro de sodio	NaCl	58.44 g/mol	Sól.	2.17 g/cm ³	R 36, 37, 38 S26 S36	7.305 g	25 ml
Cloruro de potasio	KCl	74.56 g/mol	Sól.	1,98 g/cm ³	R36 S 22, 24, 25, 26, 36	0.0476 g	25 ml
Hidróxido de sodio	NaOH	40.01	6N	(PURO) 2.13 g/cm ³	R 35 S 26, 37/39, 45		25 ml

9. Acciones previas

No almacene muestras en botellas de vidrio suave debido a la posibilidad de contaminación de la lixiviación del vidrio. Utilice el polietileno lavado con ácido o botellas de vidrio de borosilicato. Ajuste de la muestra a pH <2 con ácido nítrico. Esto disolverá sales de potasio y reducir la adsorción en las paredes del vaso.

10. Descripción del procedimiento.

10.1 Preparación de reactivos.

a) Ajustador de fuerza iónica (ISA): Disolver 7.305 g de NaCl en agua para reactivos y se diluye hasta 25 ml.

b) Electrodo de referencia funda exterior solución de llenado: Diluir 2 ml de solución ISA a 100 ml con agua de grado reactivo.

c) Solución madre de potasio: Disolver 0.0476 g de KCl se secó a 110 ° C y diluir hasta 25 ml con agua, 1 ml = 1,00 mg K.

d) Solución de potasio Intermedio: Diluir 10,0 ml de solución madre de potasio con agua a 100 ml; 1,00 ml = 0,100 mg K. Utilice esta solución para preparar la curva de calibración en el rango de potasio de 1 a 10 mg/l.

e) Solución de potasio Estándar: Diluir 10,0 ml de solución de potasio intermedia con agua a 100 ml; 1,00 ml = 0,010 mg K. utilizar esta solución para preparar la curva de calibración de potasio en intervalo de 0,1 a 1,0 mg/l.

10.2 Calibración del equipo.

Instrucciones de llenado del electrodo

Levante la tapa del surtidor de la botella de solución de llenado a una posición vertical

Inserte la boquilla en el orificio de llenado en el cuerpo exterior del electrodo y añadir una pequeña cantidad de solución a la presentación de la cámara de referencia. Invertir el electrodo para humedecer el anillo superior y luego regresar el electrodo a la posición vertical.

Sostenga el cuerpo del electrodo con una mano y utilice el pulgar para empujar hacia abajo la tapa del electrodo para permitir unas gotas de la presentación de la solución para drenar fuera del electrodo.

Suelte la tapa del electrodo. Si el manguito no regresa a sus posiciones originales, compruebe si la junta teórica es más y repita los pasos 2-4 hasta que el manguito vuelve a las posiciones originales.

Añadir soluciones de llenado para el electrodo hasta el agujero de presentación.

Nota. Añadir soluciones de presentación cada día antes de utilizar el electrodo. El nivel de la solución de presentación debe ser al menos una pulgada por encima del nivel de la muestra en el vaso de precipitados para asegurar un caudal apropiado. El orificio de llenado debe estar siempre abierto al tomar medidas.

Para cada ion selectivo consultar la solución de llenado.

Calibración ISE

Una a cinco soluciones estándar se pueden utilizar para la calibración ISE. Si más de un estándar se utiliza para la calibración, comenzar con el estándar de concentración más baja y trabajar hasta el nivel más alto de concentración pasado. Utilice siempre las soluciones estándar nuevas.

Seleccione normas que enmarquen la sencilla concentración y son de una década de separación, en la concentración prepare el electrodo selectivo de iones de acuerdo con las instrucciones de la guía de uso de electrodos. Conecte el ISE y cualquier otro electrodo a utilizar (sonda ATC, electrodo de referencia) al metro. Encienda el medidor y ajustar el modo de medición de ISE.

Nota. En la mayoría de las pantallas de calibración, presione f1 (esc) para volver al modo de medición sin guardar la calibración.

1. En el modo de medición, presione f1 (cal). En las pantallas de medición de doble canal y multi, oprima \wedge o \vee destacar pH / ISE - canal y pulse F2 (seleccionar).
2. Enjuagar el electrodo selectivo de iones y otros electrodos en uso con agua destilada, secar con un paño libre de pelusa.
3. Cuando el electrodo y Estándar están listas, pulse f3 (comenzar).

Manual de laboratorio

4. Espere a que el valor de la concentración en el medidor se estabilice y deje de parpadear y realice una de las siguientes acciones.
 - a. Presione f2 (aceptar) para aceptar el valor mostrado.
 - b. Pulse F3 (editar) para acceder a la pantalla de entrada numérica y editar el valor.
 - i. Presione ^, >, ∨ o < para resaltar un punto número decimal. Pulse F3 (enter) para seleccionar el elemento resaltado y repetir hasta que el valor de la Temperatura medido se muestra sobre la pantalla de entrada numérica.
 - ii. Presione f2 (hecho) para salir de la pantalla de entrada numérica.
 - iii. Presione f2 (aceptar) para aceptar el valor introducido.
5. Presione f2 (siguiente) para pasar al siguiente nivel y repita los pasos del 2 al 4 o pulse F3 (cal hecho) el guardar y finalizar la calibración.
 - a. Si se realiza una calibración de un punto, presione f2 (aceptar) para aceptar el valor de la pendiente que aparece o pulse F3 (editar) para acceder a la pantalla de entrada numérica, introduzca el valor de la pendiente y presione f2 (aceptar).
6. El medidor mostrará el resumen de calibración incluyendo la pendiente media y exportar los datos en el registro de calibración. Presione f1 (medición) para pasar a la modalidad de medición o presione f2 (impresión) para proceder al modo de medición y exportar los datos a una impresora o un ordenador.

Para más información Ver Guía del usuario para Electrodo selectivo de potasio Thermo Orión A329, sección I “Calibración del instrumento” en Carpeta de Archivos Digitales.

10.3 Procedimiento General

- a) Preparación de las soluciones estándar: Preparar una serie de estándares que contiene 100, 10, 1,0 y 0,1 mg K⁺/l al hacer diluciones seriadas de la solución madre de potasio.
- b) Sumerja los electrodos, espere aproximadamente 2 minutos para la estabilización de potencial y la lectura de contadores de registros. Enjuague los electrodos y secar.
- c) Repita el procedimiento para cada solución estándar con el fin de aumentar la concentración. Preparar la curva de calibración en papel semilogarítmico trazando potencial observado en milivoltios (escala lineal) frente a la concentración (escala

Manual de laboratorio

logarítmica). Por otra parte, el cálculo de la línea de calibración mediante un análisis de regresión.

- d) Análisis de las muestras: Transferencia 100 ml de muestra en un vaso de 150 ml y seguir el procedimiento aplicado a las soluciones estándar en 10b arriba. De la respuesta medida, calcular la concentración de K^+ a partir de la curva de calibración.

11. Cálculo y expresión de resultados.

Tabla I12-3: Recolección de datos de práctica I12

Muestra	Concentración (M)	Temperatura (°C)
1		
2		
3		

Reproducibilidad de potencial medida, sobre el intervalo de el método, se puede esperar a ser de $\pm 0,4$ mV, correspondiente a aproximadamente $\pm 2,5\%$ en la concentración.

12. Precisión y Sesgo

La pendiente de la recta de calibración debe ser -56 mV/10-fold cambios de concentración. Si la pendiente está fuera de la gama de -56 ± 3 mV, el electrodo puede necesitar mantenimiento (reemplazar soluciones de llenado). Si no se puede obtener la respuesta del electrodo adecuado, cambiar el electrodo.

Analizar un estándar de verificación independiente con una concentración de gama media de potasio a través de análisis de una serie, inicialmente, cada diez muestras, y después de la muestra final. Si el valor ha cambiado en más de un 5%, vuelva a calibrar el electrodo. Analizar un blanco de reactivo a la misma frecuencia. Las lecturas no deben representar a una concentración inferior a la estándar de concentración más baja (0,1 mg/l).

13. Referencias.

- a) AMERICAN PUPLIC HEALTH ASSOCIATION. (1992). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. (18th Edition). Washington.

Práctica I13.

“Determinación de Calcio. Método Ion Selectivo. Instrumento: Medidor Orion Star A329 portable pH/ISE/Conductivity/RDO/DO”

1. Introducción

El calcio es el 5º elemento en orden de abundancia en la corteza terrestre, su presencia en las aguas naturales se debe al su paso sobre depósitos de piedra caliza, yeso y dolomita.

La cantidad de calcio puede variar desde cero hasta varios cientos de mg/l, dependiendo de la fuente y del tratamiento del agua.

Las aguas que contienen cantidades altas de calcio y de magnesio, se les da el nombre de "aguas duras". Las concentraciones de calcio en aguas varían mucho, pero en general suelen ir asociadas al nivel de mineralización; por esta misma razón, las aguas subterráneas habitualmente presentan contenido mayores a las superficiales correspondientes.

Concentraciones bajas de carbonato de calcio, previenen la corrosión de las tuberías metálicas, produciendo una capa delgada protectora. Cantidades elevadas de sales de calcio, se descomponen al ser calentadas, produciendo incrustaciones dañinas en calderas, calentadores, tuberías y utensilios de cocina; también interfieren con los procesos de lavado doméstico e industrial, ya que reaccionan con los jabones, produciendo jabones de calcio insolubles, que precipitan y se depositan en las fibras, tinas, regaderas, etc.

2. Objetivo

Determinación de ion calcio en muestras de aguas utilizando el método de ion selectivo de calcio.

3. Alcance

Este método es aplicable a la determinación de Calcio en aguas de apariencia clara, su límite inferior de detección es de 2 a 5 mg/l como CaCO_3 , su límite superior, puede extenderse a cualquier concentración, diluyendo la muestra.

4. Responsabilidades

Las precauciones habituales son suficientes si se tiene cuidado para re disolver cualquier carbonato de calcio que puede precipitar en reposo.

5. Principio Del Método

5.1 Definiciones.

Manual de laboratorio

Agua blanda: Cualquier agua que no contiene grandes concentraciones de minerales disueltos como calcio y magnesio.

Agua dura: Agua que contiene un gran número de iones positivos. La dureza está determinada por el número de átomos de calcio y magnesio presentes. El jabón generalmente se disuelve malamente en las aguas duras.

Anión: Los iones cargados negativamente, producidos por haber más electrones que protones.

Blanco: Un análisis inicial que incluye a todos los reactivos y omite solamente la muestra. Proporciona una referencia para comparación. Es muy importante para minimizar contaminaciones extrañas que puedan ser confundidas con los constituyentes de la muestra.

Buffer: Una solución que tiene la propiedad de poca variación en el valor de pH, con cambios en su composición química. También se le llama Amortiguador.

Calcio: Un elemento metálico, normalmente presente en el agua en forma de carbonato (CaCO_3), produciendo dureza en el agua y posibilidades de incrustación.

Cationes: Iones cargados positivamente, consecuencia de una pérdida de electrones.

Dilución: Es el bajar la concentración de una solución, mediante la adición de más solvente.

Indicador: Es una sustancia que siendo ácidos o bases débiles al añadirse a una muestra sobre la que se desea realizar el análisis, se produce un cambio químico que es apreciable, generalmente, un cambio de color; esto ocurre porque estas sustancias sin ionizar tienen un color distinto que al ionizarse.

Soluto: Es la sustancia que se disuelve y forma iones en la solución.

Solvente: Es un líquido capaz de disolver a un soluto.

Titulometría: La titulometría es más conocida como volumetría, consiste en la cuantificación de un compuesto o elemento a partir del gasto volumétrico de otro de concentración conocida.

5.2 Principio potenciométrico.

El ion calcio se mide potenciométricamente usando un electrodo selectivo de iones de Calcio y una doble unión, electrodo de referencia de tipo manga. El análisis es realizado, ya sea con un medidor de pH que tiene una escala de milivoltios ampliado capaz de ser leído al 0,1 mV o un medidor de iones específico que tiene una escala de concentración directa de calcio más cercano.

Manual de laboratorio

Antes de la medición, se añade un reactivo de ajuste de la fuerza iónica a ambos estándares y las muestras para mantener una fuerza iónica constante. La respuesta del electrodo se mide en soluciones estándar con concentraciones de calcio que abarca la gama de interés utilizando una línea de calibración derivada ya sea por el metro instrumento o manualmente. La respuesta del electrodo en soluciones de muestra se mide siguiendo el mismo procedimiento y la concentración de calcio determinado a partir de la línea de calibración o instrumento de lectura directa.

5.3 Orion Star A329 portable pH/ISE/Conductivity/RDO/DO meter

Estos medidores son capaces de medir pH, mV, mV relativos (RmV), ORP, ISE, conductividad, TDS, salinidad, resistividad, oxígeno disuelto y la temperatura en ° C o ° F.

6. Interferencias

En muestras que contienen fósforo en concentraciones mayores a 50 mg/L, no se puede usar este método para la determinación de calcio.

7. Equipo y Materiales

- Thermo Scientific Orión A329
- Electrodo Ion selectivo de Calcio.
- Beaker 50 ml
- Matraz aforado 25ml
- Balanza
- Vidrio reloj
- Probeta 25 ml
- 5 vasos de precipitados 50 ml
- Espátula

8. Reactivos y soluciones

Tabla I13-1: Recolección de datos de práctica I13

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Solución
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-	100 ml	
Cloruro de calcio	CaCl ₂	110.98 g/mol	-	-	-	0.27745 g	25 ml

9. Acciones Previas

Recolectar la muestra en recipiente de plástico o vidrio. Acidificar con HNO₃ hasta pH < 2. La muestra puede ser almacenada hasta 6 meses.

10. Descripción del procedimiento.

10.1 Preparación de Reactivos

a) **Solución buffer de Calcio como cloruro de calcio 0.1 M:** Disolver 0.27745 g de cloruro de calcio en un beaker y aforar a 25 ml.

10.1.1 Diluciones en serie

La dilución en serie es el mejor método para la preparación de las soluciones estándar. La dilución en serie significa que una solución estándar inicial se diluye, utilizando material de vidrio volumétrico, para preparar un segundo estándar solución. El segundo estándar se diluye de manera similar para preparar una tercero estándar, y así sucesivamente, hasta que el intervalo deseado de estándares se ha preparado.

- a) **Para preparar una 10^{-2} Estándar M (400,8 ppm como Ca^2 y 1000.9 como CaCO_3)** - Pipetear 2.5 ml del estándar en 0,1 M un matraz aforado de 25 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada agua y mezclar bien.
- b) **Preparar un 10^{-3} Estándar M (40,08 ppm como Ca^2 y 100.09 como CaCO_3)** - Pipetear 2.5 ml de la 10^{-2} Estándar M en un matraz aforado de 25 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada agua y mezclar bien.
- c) **Preparar un 10^{-4} Estándar M (4.008 ppm como Ca^2 y 10.009 como CaCO_3)** - Pipetear 2.5 ml de la 10^{-3} Estándar M en un matraz aforado de 25 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada agua y mezclar bien.

10.2 Calibración del equipo.

Instrucciones de llenado del electrodo

Levante la tapa del surtidor de la botella de solución de llenado a una posición vertical

Inserte la boquilla en el orificio de llenado en el cuerpo exterior del electrodo y añadir una pequeña cantidad de solución a la presentación de la cámara de referencia. Invertir el electrodo para humedecer el anillo superior y luego regresar el electrodo a la posición vertical.

Sostenga el cuerpo del electrodo con una mano y utilice el pulgar para empujar hacia abajo la tapa del electrodo para permitir unas gotas de la presentación de la solución para drenar fuera del electrodo.

Suelte la tapa del electrodo. Si el manguito no regresa a sus posiciones originales, compruebe si la junta teórica es más y repita los pasos 2-4 hasta que el manguito vuelve a las posiciones originales.

Añadir soluciones de llenado para el electrodo hasta el agujero de presentación.

Manual de laboratorio

Nota. Añadir soluciones de presentación cada día antes de utilizar el electrodo. El nivel de la solución de presentación debe ser al menos una pulgada por encima del nivel de la muestra en el vaso de precipitados para asegurar un caudal apropiado. El orificio de llenado debe estar siempre abierto al tomar medidas.

Para cada ion selectivo consultar la solución de llenado.

Calibración ISE

Una a cinco soluciones estándar se pueden utilizar para la calibración ISE. Si más de una solución estándar se utiliza para la calibración, comenzar con el estándar de concentración más baja y trabajar hasta el nivel más alto de concentración pasado. Utilice siempre las soluciones estándar nuevas.

Seleccione soluciones estándar que enmarquen la sencilla concentración y son de una década de separación, en la concentración prepare el electrodo selectivo de iones de acuerdo con las instrucciones de la guía de uso de electrodos. Conecte el ISE y cualquier otro electrodo a utilizar (sonda ATC, electrodo de referencia) al medidor. Encienda el medidor y ajustar el modo de medición de ISE.

Nota. En la mayoría de las pantallas de calibración, presione f1 (esc) para volver al modo de medición sin guardar la calibración.

-En el modo de medición, presione f1 (cal). En las pantallas de medición de doble canal y multi, oprima \wedge o \vee destacar pH / ISE - canal y pulse F2 (seleccionar).

-Enjuagar el electrodo selectivo de iones y otros electrodos en uso con agua destilada, secar con un paño libre de pelusa.

-Cuando el electrodo y Estándar están listas, pulse f3 (comenzar).

-Espere a que el valor de la concentración en el medidor se estabilice y deje de parpadear y realice una de las siguientes acciones.

-Presione f2 (aceptar) para aceptar el valor mostrado.

-Pulse F3 (editar) para acceder a la pantalla de entrada numérica y editar el valor.

iv. Presione \wedge , $>$, \vee o $<$ para resaltar un punto número decimal. Pulse F3 (enter) para seleccionar el elemento resaltado y repetir hasta que el valor de la Temperatura medido se muestra sobre la pantalla de entrada numérica.

v. Presione f2 (hecho) para salir de la pantalla de entrada numérica.

vi. Presione f2 (aceptar) para aceptar el valor introducido.

-Presione f2 (siguiente) para pasar al siguiente nivel y repita los pasos del 2 al 4 o pulse F3 (cal hecho) el guardar y finalizar la calibración.

Manual de laboratorio

a) Si se realiza una calibración de un punto, presione f2 (aceptar) para aceptar el valor de la pendiente que aparece o pulse F3 (editar) para acceder a la pantalla de entrada numérica, introduzca el valor de la pendiente y presione f2 (aceptar).

-El medidor mostrará el resumen de calibración incluyendo la pendiente media y exportar los datos en el registro de calibración. Presione f1 (medición) para pasar a la modalidad de medición o presione f2 (impresión) para proceder al modo de medición y exportar los datos a una impresora o un ordenador.

10.3 Procedimiento General.

- a) Enjuague el electrodo con agua destilada y sumergirlo en un 100 ppm o 10^{-2} del estándar de calcio durante 1 a 2 horas antes de su uso.
- b) Sumerja los electrodos, espere aproximadamente 2 minutos para la estabilización de potencial y la lectura de contadores de registros. Enjuague los electrodos y secar.
- c) Repita el procedimiento para cada solución estándar con el fin de aumentar la concentración. Preparar la curva de calibración en papel semilogarítmico trazando potencial observado en milivoltios (escala lineal) frente a la concentración (escala logarítmica). Por otra parte, el cálculo de la línea de calibración mediante un análisis de regresión.
- d) Luego de la calibración colocar la muestra en un beaker de 50 ml e introducción el electrodo selectivo de calcio, esperar aproximadamente 1 minuto para la estabilización de la lectura y tomar nota.
- e) Repetir el literal “a” con cada muestra.

11. Cálculos y expresión de resultados

- El valor de calcio se lee directamente del equipo. Es importante indicar siempre la temperatura a la cual fue medido el valor de calcio de una muestra. (Ver Anexo 6, Medición de calcio por colorimetría)

Tabla I13-2: Recolección de datos de práctica I13

Muestra	Concentración (M)	Temperatura (°C)
1		
2		
3		

11.1 Método manual

- Realizar una curva de calibración utilizando las lecturas de milivoltios versus concentración (eje lineal).

Manual de laboratorio

Tabla I13-3: Recolección de datos de práctica I13

Concentración de Estándar (M)	mV

- Ubicar los valores de los milivoltios obtenidos en la gráfica y determinar la concentración de la muestra

12. Precisión y sesgo

- Rango: 0,01 a 80,0 ppt NaCl equivalente; 0,01 a 42 ppt práctica
- Resolución: 0,01
- Precisión relativa: +/- 0,1

13. Alternativas de análisis

- Determinación de calcio por el método titulométrico.

14. Referencias

- Thermo Fisher Scientific Inc. Guía de usuario electrodo selectivo de calcio, Thermo Orion A329, México.

Práctica I14.

“Determinación de Hierro. Método Colorimétrico. Instrumento: Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro”

1. Introducción

El hierro en los suministros de aguas procedentes del subsuelo en zonas rurales es muy frecuente: los niveles de concentración van entre rangos de 0 a 50mg/l, mientras la OMS recomienda niveles de <0.3mg/l. El hierro ocurre de manera natural en acuíferos pero los niveles de aguas subterráneas pueden aumentar por disolución de rocas ferrosas. Las aguas subterráneas que tienen hierro son normalmente de color naranja y provoca el destiño en las ropas lavadas, y además tienen un sabor desagradable, que se puede notar en el agua y en la cocina.

El hierro que es disuelto en las aguas subterráneas se reduce a su forma hierro II. Esta forma es soluble y normalmente no causa ningún problema por sí misma. El hierro II se oxida a formas de hierro III que son hidróxidos insolubles en agua. Estos son compuestos rojos corrosivos que tiñen y provocan el bloqueo de pantallas, bombas, tuberías y sistemas de recirculación, etc. Si los depósitos de hidróxido de hierro se producen por bacterias del hierro entonces son pegajosos y los problemas de manchas y bloqueo de sistemas son todavía más graves. La presencia de bacterias de hierro puede venir indicada por sustancias limosas corrosivas dentro de lugares de distribución, la reducción del flujo del agua, olor desagradable del agua bombeada del agujero, depósitos limosos y pegajosos que bloquean líneas de distribución principales y laterales, manchas en el pavimento, caída de paredes.

2. Objetivo

Determinar el valor de hierro de una muestra de agua como parámetro de su calidad.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de hierro de una muestra de agua a una temperatura dada por medio de instrumentos o aparatos que facilitan la obtención de su valor exacto.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de hierro para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del Método

5.1 Principio del Método Colorimétrico

El color de todos los objetos que vemos está determinado por un proceso de absorción y emisión de la radiación electromagnética (luz) de sus moléculas.

El análisis colorimétrico está basado en principio de que componentes específicos reaccionan con otros para formar un color, la intensidad del cual es proporcional a la concentración de la sustancia a medir.

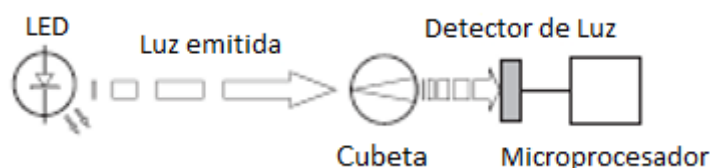


Figura I14-1: Principio colorimétrico del Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102

Cuando una sustancia es expuesta a un haz de luz de intensidad I_0 , una parte de la radiación es absorbida por las moléculas de la sustancia y se emite una radiación de intensidad I , menor que I_0 . La cantidad de radiación absorbida se obtiene por la ley de Lambert-Beer:

$$\log \frac{I_0}{I} = \epsilon_{\lambda} c d$$

Donde

$\log I_0/I$ = Absorbancia (A)

ϵ_{λ} = coeficiente de extinción molar de la sustancia a la longitud de onda λ

c = concentración molar de la sustancia

d = distancia óptica de la luz a través de la muestra

Dado que los otros factores son conocidos, la concentración " c " puede calcularse a partir de la intensidad de color de la sustancia determinada por la radiación emitida I .

Un LED (Diodo Emisor de Luz) emite una radiación en un espectro relativamente estrecho, suministrando al sistema una intensidad I_0 .

Una sustancia absorbe el color complementario a aquel que emite. Por ejemplo, a sustancia aparece como amarilla debido a que absorbe luz azul. Debido a esto, los medidores Hanna utilizan LED que emiten la longitud de onda apropiada para medir la muestra. La distancia óptica (d) está determinada por el diámetro interno de la cubeta que contiene la muestra.

La célula fotoeléctrica recoge la radiación I que no ha sido absorbida por la muestra y la convierte en una corriente eléctrica.

El microprocesador convierte el valor en las unidades de medida deseadas y las visualiza en el display.

El proceso de medida se realiza en dos fases: puesta a cero del medidor y medida real.

La cubeta tiene una gran importancia en el proceso de medida debido a que se trata de un elemento óptico. Tanto las cubetas de medida como las de calibración deben ser ópticamente idénticas para proporcionar las mismas condiciones de medida.

Es también importante que la superficie de la cubeta esté limpia y libre de rayas o muescas con objeto de evitar interferencias en la medida debidas a reflexiones y absorciones de luz no deseadas. Es recomendable siempre que sea posible, no tocar las paredes de la cubeta con las manos.

Además, a fin de mantener las mismas condiciones durante las fases de puesta a cero y medida, es necesario cerrar la cubeta para evitar cualquier tipo de contaminación.

5.2 Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro.

Hanna es un turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro portátil y microprocesador. Mide Cloro Libre y Total, Ácido Cianúrico, pH, Yodo, Bromo, Hierro rango bajo y Turbidez.

En el modo colorimétrico, el usuario puede seleccionar las calibraciones preprogramadas en fábrica o calibrar el medidor utilizando valores de calibración personalizados basados en la concentración o absorbancia relativa de la muestra. Los datos de calibración se almacenan en una EEPROM no volátil.

En el modo turbidez, es aconsejable recalibrar el medidor periódicamente con soluciones primarias según los requerimientos normativos o la experiencia del personal. Los rangos de turbidez son 0,00-9,99 NTU y 10,0-50,0 NTU.

6. Interferencias

Las principales interferencias que pueden aparecer con esta técnica se deben a la presencia de hidróxidos o carbonatos de hasta 1.000mg de CaCO₃/L.

7. Reactivos y Materiales

- Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro.
- Beaker de 100 ml para descartes
- Beaker de 50 ml para muestras
- Papel toalla
- Pizeta
- Agua muestra.

Manual de laboratorio

- HI 93746-01 Reactivos para 100 análisis de Hierro rango bajo
- Reactivo HI 93746 TPTZ
- Probeta de 25 ml

8. Reactivos y soluciones.

Tabla I14-1: Recolección de datos de práctica I14

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³	-	100 ml
HI 93746-01	-	-	-	-	1 sobre

9. Acciones previas

Es responsabilidad del investigador revisar las condiciones del equipo a utilizar antes de poner en marcha, se debe verificar que las cubetas se encuentren en perfecto estado, sin ralladuras y que se cuente con las soluciones para realizar dicha prueba.

10. Descripción de procedimiento

10.1 Calibración del instrumento.

En cada caso seguir las instrucciones del fabricante para el medidor de hierro y para el almacenamiento y preparación de los viales para su uso.

10.2 Preparación de reactivos.

10.2.1 Preparación de Blanco.

Llene una probeta graduada hasta la señal de 25 ml con agua destilada. Añada el contenido de un paquete de reactivo HI 93746 TPTZ, cierre la probeta y agite durante 30 segundos. Éste es el blanco.

Llene una cubeta con 10 ml del blanco hasta 1,5 cm ($\frac{3}{4}$ ") del borde y déjela durante 3 minutos.

Coloque la tapa, inserte el blanco en el alojamiento y asegúrese de que la muesca de la tapa está situada sobre la ranura. Pulse ZERO.

El medidor visualizará "SIP" durante unos segundos y después la indicación de cero.

10.3 Procedimiento general

- Llene una probeta graduada hasta la señal de 25 ml con la muestra.
- Añada el contenido de un paquete de reactivo HI 93746 TPTZ, cierre la probeta y agite durante 30 segundos.
- Colocar la muestra en la cubeta y dejarla durante 3 minutos.
- Coloque la tapa, sacuda la cubeta y espere unos segundos para que el color se desarrolle.
- Introduzca la cubeta en el equipo y presione la tecla READ y esperar a que la lectura se estabilice.
- Anotar los resultados.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

El valor de hierro se lee directamente del equipo. Es importante indicar siempre la temperatura a la cual fue medido el valor de turbidez de una muestra.

12. Precisión y sesgo

El Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro, tiene un rango de detección de 0.00 a 1.00 mg/l, y una precisión de 0,02 mg/l; $\pm 3\%$

13. Alternativas de análisis.

- Determinación de hierro Método de la fenantrolina.

14. Referencias

Hanna Instruments, Manual de instrucción C102 Turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro, Italia.

Práctica I15.

“Determinación de hierro. Método Fenantrolina. Instrumento: Espectrofotómetro UV Visible”

1. Introducción

El hierro es uno de los elementos más abundantes en la naturaleza, se encuentra formando parte de numerosos minerales, entre ellos muchos óxidos, y raramente se encuentra libre.

El Hierro puede ser encontrado en carne, productos integrales, patatas y vegetales. El cuerpo humano absorbe Hierro de animales más rápido que el Hierro de las plantas. El Hierro es una parte esencial de la hemoglobina: el agente colorante rojo de la sangre que transporta el oxígeno a través del cuerpo.

Comúnmente, el hierro existe en el agua en dos formas distintas, ferroso soluble o insoluble. El hierro ferroso soluble se disuelve en el agua que, por lo tanto, queda limpia, mientras que el hierro férrico insoluble es visible.

El hierro no es un peligro para la salud, por lo que no existen riesgos relacionados con la salud cuando el agua contiene demasiado hierro. Se clasifica como un contaminante secundario (o de estética) ya que afecta el sabor y la apariencia de una manera negativa

1.1 Usos del hierro

El hierro es el metal duro más usado. El hierro puro no tiene demasiadas aplicaciones, salvo excepciones para utilizar su potencial magnético. El hierro tiene su gran aplicación para formar los productos siderúrgicos, utilizando éste como elemento matriz para alojar otros elementos aleantes tanto metálicos como no metálicos, que confieren distintas propiedades al material

Entre otros usos del hierro y de sus compuestos se tienen la fabricación de imanes, tintes (tintas, papel para heliográficas, pigmentos pulidores) y abrasivos (colcótar).

2. Objetivo

Determinar concentración de hierro utilizando el método colorimétrico de la Fenantrolina.

3. Alcance

Disuelto o concentraciones totales de hierro tan bajo como 10 mg/l pueden determinarse con un espectrofotómetro utilizando células con 5 cm o trayectoria de la luz larga. Llevar a un espacio en blanco a través de todo el procedimiento para permitir la corrección.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principio

El hierro se lleva a solución, reducido al estado ferroso mediante ebullición con ácido e hidroxilamina, y se trató con 1,10- fenantrolina a pH 3.2 a 3.3. Tres moléculas de quelato de fenantrolina cada átomo de hierro ferroso para formar un complejo de color naranja- rojo. La solución de color obedece a la ley de Beer; su intensidad es independiente del pH de 3 a 9. Un pH entre 2,9 y 3,5 asegura el desarrollo rápido de color en presencia de un exceso de fenantrolina. Estándares de color son estables durante al menos 6 meses.

6. Interferencia

- Entre las sustancias interferentes agentes oxidantes fuertes, cianuro, nitrito y fosfatos (polifosfatos más que los ortofosfatos), cromo, zinc en concentraciones superiores a 10 veces la de hierro, cobalto y cobre en exceso de 5 mg/l, y el níquel en exceso de 2 mg/L.
- Bismuto, cadmio, mercurio, molibdato y fenantrolina precipitado de plata. La temperatura inicial de ebullición con ácido convierte polifosfatos de ortofosfato y elimina el cianuro y el nitrito que de otra manera pudiera interferir.
- Adición de un exceso de hidroxilamina elimina los errores causados por la excesiva concentración de reactivos oxidantes fuertes. Interferencia por presencia de iones metálicos, usar un exceso mayor de fenantrolina para sustituir que complejo por los metales de interferencia.
- Si notables cantidades de color o materia orgánica están presentes, es posible que sea necesario evaporar la muestra, suavemente incinerar el residuo, y disolverlo en ácido. La incineración puede llevarse en sílice, porcelana, o platino crisoles que se han hervido durante varias horas en HCl 6N

7. Equipo y materiales

- a) Equipos colorimétricos: Uno de los siguientes es necesario:
- Espectrofotómetro, para su uso en 510 nm, proporcionando una trayectoria de luz de 1 cm o más.
 - Filtrar fotómetro, proporcionando una trayectoria de luz de 1 cm o más de largo y equipado con un filtro verde que tiene transmitancia máxima cerca de 510 nm.
 - Tubos de Nessler, emparejados, de 100 ml, forma alta.
- b) Cristalería lavada con ácido: Lave toda la cristalería con ácido clorhídrico concentrado (HCl) y enjuagar con agua reactivo antes de su uso para eliminar los depósitos de óxido de hierro.
- Matraz aforado de 25 ml

Manual de laboratorio

- Frasco de vacío en un embudo de separación de 125 ml
 - Pipetas de 10 ml
 - Probeta de 30 ml
 - Vasos de precipitados 100 ml
 - Vidrio reloj
 - Espátula
 - Agitador
- b) Embudos de decantación: 125 ml, forma Squibb, con vidrio esmerilado o TFE grifos y tapones.

8. Reactivos y soluciones

Tabla I15-1: Reactivos a utilizar en práctica I15

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de solución
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-		
Ácido clorhídrico	HCl	36.46 g/mol	-	1.184 g/cm ³	R 35,37 S 26, 36/37/39, 45	15 ml	25 ml
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	98.08 g/mol	6N	1.84 g/cm ³	R: 35 S: 1/2, 26, 30, 45	0.5 ml	25 ml
Clorhidrato hidroxilamina	NH ₂ OH·HCl	69.5 g/mol	-	1.12 g/cm ³	R 2, 21, 22, 36/38, 40, 43, 48/22, 50 S 2, 36/37, 61	2.5 g	25 ml
Acetato de Amonio	NH ₄ C ₂ H ₃ O ₂	77,08 g/mol	-	1.07 g/cm ³		5 g	En 3 ml
Ácido acético (glacial).	C ₂ H ₄ O ₂	60.05 g/mol	-	1.05 g/cm ³	R 10, 35 S 23, 26, 45	14 ml	En 3 ml
acetato de sodio	NaC ₂ H ₃ O ₂ · 3H ₂ O	136.08 g/mol	-	1.42 g/cm ³		6.25 g	25 ml
Fenantrolina	C ₁₂ H ₈ N ₂ · H ₂ O	198.23 g/mol	-	1.01 g/cm ³	R 25, 50/53 S 45, 60-61	0.025 g	25 ml
sulfato ferroso amónico	Fe (NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂ · 6H ₂ O	392.14 g/mol	Sól.	1,86 g/cm ³	R 11	0.0702 g	25 ml
Permanganato de potasio	KMnO ₄	158,034 g/mol	0,1 M	2.70 g/cm ³	R 8, 22, 50/53 S 2, 60, 61	0.079 g	25 ml

9. Acciones previas

Planee con anticipación los métodos de recogida, almacenamiento y tratamiento previo de las muestras. Limpiar el recipiente con ácido y enjuague con agua de grado reactivo. Equipo para la filtración por membrana de las muestras en el campo puede ser necesario para determinar hierro en solución (hierro disuelto). Hierro disuelto, que se

considera que pasa a través de un filtro de membrana de 0,45 - micras, puede incluir hierro coloidal.

El valor de la determinación depende en gran medida del cuidado para obtener una muestra representativa. Hierro en el pozo o el toque las muestras de agua pueden variar en la concentración y forma con la duración y el grado de lavado antes y durante el muestreo.

Cuando se toma una porción de la muestra para la determinación del hierro en suspensión, agite bien la botella de muestra a menudo y con fuerza para obtener una suspensión uniforme de hierro precipitado. Use un cuidado especial cuando el hierro coloidal se adhiere a la botella de muestra. Este problema puede ser agudo con botellas de plástico.

Para una determinación precisa de hierro total, utilizar un recipiente aparte para la recogida de muestras. Tratar con ácido en el momento de la recolección para colocar el hierro en solución y evitar la adsorción o la deposición sobre las paredes del recipiente de la muestra. Tener presente el ácido añadido en la medición de las porciones para el análisis. La adición de ácido a la muestra puede eliminar la necesidad de la adición de ácido antes de la digestión.

10. Descripción del Procedimiento

10.1 Preparación de reactivos

Utilice reactivos con bajo contenido de hierro. Utilice agua para reactivos en la preparación de estándares y soluciones de reactivo y en el procedimiento. Almacenar los reactivos de vidrio con tapón de botellas. La solución de acetato de amonio y HCl son estables indefinidamente si bien cerrado. La hidroxilamina, fenantrolina, y soluciones de hierro de valores son estables durante varios meses. Las soluciones estándar de hierro no son estables; preparar día según sea necesario por dilución de la solución madre. Estándares visuales en tubos Nessler son estables durante varios meses si está sellado y protegido de la luz.

- a) El ácido clorhídrico, HCl, concentrado, que contiene menos de 0,5 ppm de hierro.
- b) Solución de hidroxilamina: Disolver 2.5 g $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ en 25 ml de agua.
- c) Solución buffer de acetato de amonio: Disolver 5 g $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ en 3 ml de agua. Añadir 14 ml de concentrado ácido acético (glacial). Debido a que incluso un buen grado de $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ contiene una cantidad significativa de hierro, preparar nuevos patrones de referencia con cada preparación de buffer.
- d) Solución de acetato de sodio: Disolver 6.25 g $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en 25 ml de agua.
- e) Solución Fenantrolina: Disolver 0.025 g de monohidrato de 1,10- fenantrolina, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, en 25 ml de agua por agitación y calentamiento a 80 ° C. No deje que hierva. Deseche la solución si se oscurece. La calefacción es innecesaria si media gota de HCl concentrado se añade al agua. (NOTA: Un mililitro de este reactivo es suficiente para no más de 100 μg Fe)
- f) El permanganato de potasio 0.1 M: Disolver 0.079 g de KMnO_4 en agua para reactivos y diluir hasta 25 ml.

g) Solución de hierro Stock: Uso de metal (1) o la sal (2) para la preparación de la solución madre.

1) Use hilo de hierro electrolítico, o " alambre de hierro para la normalización" para preparar la solución. Si es necesario, alambre limpio con papel de lija fino para eliminar cualquier capa de óxido y producir una superficie brillante. Pesar alambre 0.005 g y ponerlos en un matraz aforado de 25 ml. Disolver en 0.5 ml (10 gotas) ácido sulfúrico 6N (H_2SO_4) [diluir 4 ml de H_2SO_4 a 25] y enrasar con agua, 1,00 ml = 200 μg Fe

2) Si se prefiere el sulfato ferroso amónico, agregue lentamente 0.5 ml de H_2SO_4 concentrado y 1.25 ml de agua y disolver 0.0702 g de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$. Añadir 0.1 M de permanganato de potasio ($KMnO_4$) gota a gota hasta que el color rosado débil persiste. Diluir hasta 25 ml con agua y mezclar; 1,00 ml = 200 μg Fe.

h) Soluciones de hierro estándar: Preparar al día durante el uso.

1) Pipetear 1.25 ml solución madre en un matraz aforado de 25 ml y diluir hasta la marca con agua, 1,00 ml = 10,0 μg Fe.

2) Pipetear 0.125 ml solución madre en un matraz aforado de 25 ml y enrasar con agua, 1,00 ml = 1,00 μg Fe.

10.2 Procedimiento

a) Hierro total: Mezclar la muestra cuidadosamente y medir 25 ml en un matraz erlenmeyer de 125 ml. Si este volumen muestra contiene use más de 200 μg de hierro una porción menor medida con precisión y diluir hasta 25 ml. Añadir 1 ml de HCl concentrado y 0.5 ml (10 gotas) de la solución $HCl \cdot NH_2OH$. Añadir unas cuentas de vidrio y llevar a ebullición. Para asegurar la disolución de todo el hierro, continuar hasta que el volumen se reduce a de 15 a 20 ml de ebullición. (Si la muestra se incinera, tomar el residuo en 2 ml de HCl concentrado y 5 ml de agua.) Enfriar a temperatura ambiente y transferir a un matraz aforado de 25 ml o tubo Nessler. Añadir 5 ml de solución buffer $NH_4C_2H_3O_2$ y 2 ml de solución fenantrolina y aforar con agua. Mezclar bien y dejar un mínimo de 10 minutos para el máximo desarrollo de color.

b) Medición Color: Preparar una serie de estándares con la pipeta con precisión los volúmenes calculados de soluciones estándar de hierro [uso de solución que se describe en 9h2 para medir 1 - a 10 μg partes] en matraces Erlenmeyer de 125 ml, diluir a 50 ml mediante la adición de volúmenes medidos de agua, y llevar a cabo los pasos 10a comenzando con la transferencia a un matraz aforado de 100 ml o tubo de Nessler. Para la comparación visual, preparar un conjunto de al menos 10 estándares, que van de 1 a 100 mg de Fe en el volumen final de 100 ml. Comparar colores en 100 ml tubos Nessler de forma alta. Para la medición fotométrica, utilice la tabla como una guía general para la selección de trayectoria de la luz adecuada a 510 nm. Leer los estándares contra el agua a cero de absorbancia y trazar la curva de calibración, incluyendo una en blanco. Si las muestras son coloreadas o turbias, llevar a un segundo conjunto de muestras a través de todos los pasos del procedimiento sin necesidad de añadir fenantrolina. En lugar de agua, utilizar los espacios en blanco preparados para establecer fotómetro a absorbancia cero y leer cada muestra desarrollada con fenantrolina frente al blanco correspondiente sin fenantrolina. Traducir las lecturas del fotómetro observadas en los valores de hierro por medio de la curva de calibración. Este procedimiento no compensa los iones que interfieren.

Manual de laboratorio

Tabla I14-2: Selección de longitud de trayectoria de luz de las concentraciones de hierro

Fe μg		Trayectoria de la luz (cm)
50 - ml volumen final	100 - ml volumen final	
50-200	100-400	1
25-100	50-200	2
10-40	20-80	5
5-20	10-40	10

11. Cálculos y expresión de resultados.

Cuando la muestra se ha tratado de acuerdo con 10a, 10b, 10c, o 10e2:

$$\text{mg} \frac{\text{Fe}}{\text{l}} = \frac{\mu\text{g Fe (en 100 ml de volumen final)}}{\text{ml de muestra}}$$

Cuando la muestra se ha tratado de acuerdo con 10e1:

$$\text{mg} \frac{\text{Fe}}{\text{l}} = \frac{\mu\text{g Fe (en 100 ml de volumen final)}}{\text{ml de muestra}} * \frac{100}{\text{ml porción}}$$

Detalles del informe de la recogida de muestras, almacenamiento y tratamiento previo si son pertinentes a la interpretación de los resultados

12. Precisión y sesgo

Precisión y sesgo dependen del método de recogida de muestras y el almacenamiento, el método de medición del color, la concentración de hierro, y la presencia del color de interferencia, la turbidez, e iones extraños. En general, la óptima fiabilidad de la comparación visual en tubos Nessler no es mejor que el 5 % y, a menudo sólo el 10 %, mientras que, en condiciones óptimas, la medición fotométrica puede ser fiable al 3 % o 3 mg, lo que sea mayor. El límite de sensibilidad para la observación visual en tubos Nessler es de aproximadamente 1 mg Fe. La variabilidad de la muestra y la inestabilidad puede afectar a la precisión y el sesgo de esta determinación más que harán los errores de análisis. Divergencias graves se han encontrado en los informes de los diferentes laboratorios debido a las variaciones en los métodos de recogida y tratamiento de muestras

Una muestra sintética que contiene 300 $\mu\text{g Fe / L}$, 500 $\mu\text{g de Al/l}$, 50 $\mu\text{g Cd /l}$, 110 $\mu\text{g Cr/l}$, 470 $\mu\text{g Cu/l}$, 70 $\mu\text{g Pb/l}$, 120 $\mu\text{g Mn/l}$, 150 $\mu\text{g Ag/l}$, y 650 $\mu\text{g de Zn/l}$ en agua destilada se analizaron en 44 laboratorios por el método de fenantrolina, con una desviación estándar relativa de 25,5 % y un error relativo de 13,3 %.

13. Referencia.

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. (1992). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. (18th Edition). Washington

Práctica I16.

“Determinación de Manganeso. Método Persulfato. Instrumento: Espectrofotómetro UV Visible”

1. Introducción

El manganeso es un compuesto muy común que puede ser encontrado en todas partes en la tierra. Los compuestos del manganeso existen de forma natural en el ambiente como sólidos en suelos y pequeñas partículas en el agua. Las partículas de manganeso en el aire están presente en las partículas de polvo. Estas usualmente se depositan en la tierra en unos pocos días.

Debido a que el manganeso forma parte natural del ambiente, siempre se está expuesto a niveles bajos en el agua, el aire, el suelo y los alimentos. Es común que el agua subterránea, el agua potable y el suelo contengan niveles bajos de manganeso. Beber agua que contiene manganeso o nadar o bañarse en agua que contiene manganeso puede exponer a niveles bajos de esta sustancia.

Los humanos aumentan las concentraciones de manganeso en el aire por las actividades industriales y a través de la quema de productos fósiles. El manganeso que deriva de las fuentes humanas puede también entrar en la superficie del agua, aguas subterráneas y aguas residuales. A través de la aplicación del manganeso como pesticida el Manganeso entrará en el suelo.

1.1 Usos del manganeso

El manganeso se usa principalmente en la producción de acero para aumentar su dureza, rigidez y solidez. Se usa en acero de carbono, acero inoxidable, acero de alta temperatura y acero para herramientas, como también hierro colado y súper aleaciones.

El manganeso ocurre naturalmente en la mayoría de los alimentos y puede agregarse a los alimentos o consumirse en suplementos dietéticos.

El manganeso también se usa en una variedad de productos incluso:

- Fuegos artificiales
- Baterías secas
- Abonos
- Pinturas
- Agente para visualizar imágenes médicas
- Cosméticos

2. Objetivo

Determinar manganeso en muestras de agua utilizando el método de persulfato.

3. Alcance

La absorptividad molar del ion permanganato es de aproximadamente $2,300 \text{ g l}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Esto corresponde a una concentración mínima detectable (98 % de transmitancia) de 210

$\mu\text{g Mn/l}$ cuando se utiliza una célula de 1 cm o $42 \mu\text{g Mn/l}$ cuando se utiliza una célula de 5 cm.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principio del método

5.1 Colorimetría

Las técnicas colorimétricas se basan en la medida de la absorción de radiación en la zona visible por sustancias coloreadas. En algunas ocasiones, la muestra que deseamos determinar no posee color por sí misma; en tal caso, es preciso llevar un desarrollo de color empleando reactivos que den lugar a sustancias coloreadas con la muestra que interesa estudiar.

La colorimetría y fotocolorimetría no son en realidad técnicas distintas y la diferencia estriba en el tipo de instrumento empleado, de forma que se denomina colorímetro a aquellos aparatos en los que la longitud de onda con la que se trabaja se selecciona por medio de filtros ópticos; en los fotocolorimétricos o espectrofotómetros la longitud de onda se selecciona mediante dispositivos monocromadores.

El colorímetro es un instrumento muy simple que compara, usando el ojo humano como detector, el color de la sustancia problema con el de una disolución patrón. (El nombre de colorímetro suele aplicarse en la práctica a cualquier instrumento apropiado para medir en la región visible, y, en realidad, así se conocen muchos fotómetros de filtro comerciales).

6. Interferencia

- Tanto como 0,1 g de cloruro (Cl^-) en una muestra de 50 ml se puede prevenir de interferir mediante la adición de 1 g de sulfato de mercurio (HgSO_4) para formar complejos ligeramente disociados.
- Bromuro y yoduro todavía interferirán y sólo pequeñas cantidades pueden estar presentes.
- El procedimiento de persulfato se puede utilizar para el agua potable con el rastreo para pequeñas cantidades de materia orgánica si se aumenta el período de calentamiento después que más persulfato se ha añadido.
- Para las aguas residuales que contienen materia orgánica, utilizan la digestión preliminar con ácidos nítrico y sulfúrico (H_2SO_4) y HNO_3 .
- Si están presentes grandes cantidades de Cl^- también, hervir con HNO_3 ayuda a eliminarlo. Interfieren trazas de Cl^- son eliminados por HgSO_4 en el reactivo especial.
- Soluciones coloreadas de otros iones inorgánicos se compensan en el paso colorimétrico final.

Manual de laboratorio

- Las muestras que han sido expuestas al aire pueden dar resultados bajos debido a la precipitación de dióxido de manganeso (MnO_2). Añadir 1 gota de peróxido de hidrógeno al 30 % (H_2O_2) a la muestra, después de añadir el reactivo especial, para redissolver el manganeso precipitado.

7. Material y Equipo.

Equipos colorimétricos: Uno de los siguientes es necesario:

- Espectrofotómetro, para uso a 525 nm, proporcionando una trayectoria de luz de 1 cm o más.
- Fotómetro de filtro, proporcionando una trayectoria de luz de 1 cm o más de largo y equipado con un filtro verde que tiene transmitancia máxima cerca de 525 nm.
- Tubos Nessler, emparejados, de 100 ml, forma alta.

Cristalería:

- 2 matraces aforado de 50 ml
- 5 matraces aforados de 25 ml
- Balanza analítica
- 2 Vidrio reloj
- Gotero
- Probeta 25 ml
- Un aparato de filtración
- Papel de filtro
- 5 vasos de precipitados 50 ml
- Espátula
- Pipeta graduada de 5 y 10 ml

8. Reactivos y soluciones

Tabla I16-1: Reactivos a utilizar en práctica I16

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de disolución
Agua destilada	H_2O	18.01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-	-	-
Ácido sulfúrico	H_2SO_4	98.08 g/mol	6N	1.84 g/cm ³	R: 35 S: 1/2, 26, 30, 45	3 ml	-
Sulfato de mercurio	$HgSO_4$	296,65 g/mol	-	6.47 g/cm ³	R: 26/27/28, 33, 50/53 S: 13, 28, 45, 60, 61	3.75 g	50 ml
Ácido nítrico	HNO_3	63.01 g/mol	-	1.51 g/cm ³	R 8, 35 S 23, 26, 36, 45	30 ml	-
Ácido fosfórico	H_3PO_4		85%	1.71 g/cm ³	R 34 S 26, 36/37/39, 45	10 ml	50 ml

Manual de laboratorio

Continuación Tabla I16-1: Reactivos a utilizar en práctica I16

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de disolución
Nitrato de plata	AgNO ₃	169.87 g/mol	-	4.35 g/cm ³	R 8, 34, 50/53 S 26, 36/37/39, 45, 60, 61	0.00175 g	50 ml
Persulfato de amonio	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈	228.19 g/mol	-	1.9 g/cm ³	R: 8, 22, 36/37/38, 42/43 S: 2, 22, 24, 26, 37	0.33 g	-
Manganeso	Mn	54.94 g/mol	-	7.2 g/cm ³	R 11 S 22, 24/25	1 g	-
Permanganato de potasio	KMnO ₄	158.03 g/mol	-	2.70 g/cm ³	R 8, 22, 50/53 S 60, 61	0.16 g	50 ml
Oxalato de sodio	Na ₂ C ₂ O ₄	134 g/mol	-	2.27 g/cm ³	R 21/22 S 24/25	-	-
Peróxido de hidrógeno	H ₂ O ₂	-	30%	1.11 g/cm ³	R 22, 41 S 26, 39	11 ml	-
Nitrito de sodio	NaNO ₂	69.00 g/mol	-	2.1 g/cm ³	R 8, 25, 50 S 45, 61	5 g	95 ml
Bisulfito de sodio	NaHSO ₃	104.06 g/mol	-	1.48 g/cm ³	R 22, 31 S 25, 46	10 g	-

9. Acciones previas

Puede existir manganeso en una forma soluble en agua neutra cuando es recogida, pero se oxida a un estado de oxidación mayor y precipita o se vuelve adsorbido sobre las paredes del recipiente.

Determinar manganeso lo más pronto después de la recogida de muestras. Si el retraso es inevitable, los manganeso totales se pueden determinar si la muestra se acidifica en el momento de la recolección con HNO₃ a pH <2.

10. Procedimiento

10.1 Preparación de reactivos

a) Reactivo especial: Disolver 3.75 g HgSO₄ en 20 ml de HNO₃ concentrado y 10 ml de agua destilada. Añadir 10 ml de ácido fosfórico 85% (H₃PO₄), y 0.00175 g de nitrato de plata (AgNO₃). Diluir la solución se enfrió a 50 ml.

b) Persulfato de amonio, (NH₄)₂S₂O₈, sólido.

c) Solución patrón de manganeso: Prepare una solución de permanganato de potasio 0,1 N (KMnO₄) disolviendo 0.16 g de KMnO₄ en agua destilada y completar hasta 50 ml. Puede estar durante varias semanas en la luz del sol o el calor durante varias horas cerca del punto de ebullición, y después filtrar con un filtro de vidrio poroso de crisol.

d) Solución de manganeso estándar (suplente): Disolver 1.000 g de manganeso metálico (99.8% min.) en 10 ml redestiló HNO₃. Diluir a 1000 ml con 1% (v / v) HCl; 1 ml

Manual de laboratorio

= 1,000 mg de Mn. Diluir 10 ml a 200 ml con agua destilada; 1 ml = 0,05 mg de Mn. Preparar una solución diluida al día.

e) El peróxido de hidrógeno, H₂O₂, 30%.

f) El ácido nítrico, HNO₃ conc.

g) El ácido sulfúrico, H₂SO₄ conc.

h) Solución de nitrito de sodio: Disolver 5.0 g de NaNO₂ en 95 ml de agua destilada.

i) Oxalato de sodio, Na₂C₂O₄, patrón primario.

j) Bisulfito de sodio: Disolver 10 g NaHSO₃ en 100 ml de agua destilada.

10.2 Estandarización de permanganato de potasio

Estandarizar la solución de permanganato de potasio contra oxalato de sodio de la siguiente manera:

Pesar varias muestras de 100 - a 200 mg de Na₂C₂O₄ a 0,1 mg y transferir a vasos de precipitados de 100 ml. Para cada vaso, añadir 50 ml de agua destilada y agitar hasta disolver. Añadir 5 ml H₂SO₄ 1 + 1 y el calor rápidamente de 90 a 95 ° C. Valorar rápidamente con la solución de KMnO₄ a normalizarse, mientras se agita, a un ligero color rosa de punto final que persiste durante al menos 1 min. No permita que la temperatura caiga por debajo de 85 ° C. Si es necesario, mantenga el beaker caliente durante la titulación; 100 mg Na₂C₂O₄ consumirán alrededor de 15 ml solución de permanganato. Ejecutar un blanco en agua destilada y H₂SO₄.

$$\text{Normalidad de KMnO}_4 = \frac{g \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(A - B) * 0.06701}$$

Dónde:

A = ml de reactivo de valoración para la muestra y

B = ml de valorante para el blanco.

Media de los resultados de varias titulaciones. Calcular el volumen de esta solución necesaria para preparar 50 ml de solución de modo que 1,00 ml = 50,0 µg de Mn, de la siguiente manera

$$\text{ml KMnO}_4 = \frac{4.55}{\text{Normalidad de KMnO}_4}$$

Para este volumen añadir de 2 a 3 ml de H₂SO₄ concentrado y NaHSO₃ solución gota a gota, con agitación, hasta que el color del permanganato desaparece. Hervir a eliminar el exceso de SO₂, fresco, y se diluye hasta 1000 ml con agua destilada. Diluir esta solución adicional para medir pequeñas cantidades de manganeso.

10.2 Determinación

a) Tratamiento de la muestra: Si una muestra digerida se ha preparado de acuerdo con las instrucciones para la reducción de la materia orgánica y / o cloruros excesivos, con pipeta una porción que contiene 0,05-2,0 mg Mn en un matraz cónico de 250 ml. Añadir agua destilada, si es necesario, a 90 ml y proceder como en b.

Manual de laboratorio

b) A una porción de muestra adecuado (50 ml), añadir 5 ml de reactivo especial y 1 gota H_2O_2 . Se concentra hasta 30 ml por ebullición o diluir hasta 30 ml. Añadir 0.33 g $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, llevar a ebullición y dejar hervir durante 1 min.

No caliente en un baño de agua. Eliminar de la fuente de calor, deje reposar 1 minuto, luego refrescarse bajo el grifo. (Hervir durante demasiado tiempo como resultado la descomposición del exceso de persulfato y la posterior pérdida del color de permanganato; enfriamiento demasiado lento tiene el mismo efecto). Diluir hasta 100 ml con agua destilada libre de sustancias reductoras y mezcla. Preparar estándares que contienen 0, 5.00, . . . 1500 μg Mn en el tratamiento de diversas cantidades de solución patrón de Mn de la misma manera.

c) Comparación de tubo Nessler: Use estándares preparados como en 10b y que contiene de 5 a 100 μg Mn/100 ml de volumen final. Comparar las muestras y patrones visualmente.

d) Determinación fotométrica: Utilice una serie de estándares de 0 a 1500 μg volumen final Mn/100ml. Efectuar mediciones fotométricas contra un blanco de agua destilada. La siguiente tabla muestra la longitud del recorrido de la luz adecuada para diversas cantidades de manganeso en el volumen final de 100 ml

Tabla I16-2: Longitud del recorrido de la luz adecuada para diversas cantidades de manganeso en el volumen final de 100 ml

Rango Mn μg	Trayectoria de la luz <i>cm</i>
5-200	15
20-400	5
50-1000	2
100-1500	1

Preparar una curva de calibración de concentración de manganeso vs absorbancia de los estándares y determinar Mn en las muestras de la curva. Si la turbidez o color de interferencia está presente, haga las correcciones en 10e.

e) Corrección de turbidez o color de interferencia: Evitar la filtración debido a la posible retención de algunos de permanganato en el papel de filtro. Si se utiliza la comparación visual, el efecto de turbidez sólo puede ser estimado y sin corrección puede realizarse por interferir iones de colores. Cuando se realizan las mediciones fotométricas, utilice el método siguiente " blanqueo ", que también corrige por interferir color: Tan pronto como la lectura del fotómetro se ha hecho, añadir 0,05 ml de solución de H_2O_2 directamente a la muestra en la célula óptica. Mezclar y, tan pronto como el color del permanganato se ha desvanecido por completo y no hay burbujas de seguir siendo, leer de nuevo. Deducir la absorbancia de la solución de blanqueado de absorbancia inicial para obtener la absorbancia debido a Mn.

11. Cálculo y expresión de resultados.

Tabla 116-3: Recolección de datos de práctica 113

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN
1		
2		
3		

a) Cuando toda la muestra original se toma para el análisis:

$$mg \frac{Mn}{l} = \frac{\frac{\mu g Mn}{100 ml}}{ml \text{ de muestra}} * \frac{100}{ml \text{ porción}}$$

b) Cuando se toma una porción de la muestra digerida (100 ml de volumen final) para el análisis:

$$mg \frac{Mn}{l} = \frac{\mu g Mn \text{ (en 100 ml de volumen final)}}{ml \text{ de muestra}}$$

12. Precisión y sesgo

Una muestra sintética que contiene 120 μg Mn/l, 500 μg de Al /l, 50 μg Cd /l, 110 μg Cr /l, 470 μg Cu /l, 300 μg Fe/l, 70 μg Pb / l, 150 μg Ag/l, y 650 μg de Zn/l en agua destilada se analizaron en 33 laboratorios por el método de persulfato, con una desviación estándar relativa de 26,3% y un error relativo de 0%.

Una segunda muestra sintética, similar en todos los aspectos excepto para 50 μg Mn/l y 1,000 μg de Cu/l, se analizó en 17 laboratorios por el método de persulfato, con una desviación estándar relativa de 50,3% y un error relativo de 7,2%.

13. Referencia

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. (1992). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. (18th Edition). Washington.

SECCION III.

DETERMINACION DE CONSTITUYENTE INORGANICOS

SECCION III.

DETERMINACION DE CONSTITUYENTE INORGANICOS NO- METALICOS

Cód.

- A2 Alcalinidad. Método valoración por neutralización.
- A8 Cloruros. Valoración por precipitación.
- A11 Sulfuro. Método yodométrico
- I9 Sulfatos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.
- I10 Fosfatos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.
- I11 Fosfatos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.
- I17 Nitratos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.
- I18 Sulfuro. Método Potenciométrico
- I20 Bromo. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102
- I21 Cloro libre. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102
- I21 Cloro Total. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102
- I22 Yodo. Método turbidímetro y medidor de ion específico Hanna C-102
- I23 Amónico. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.
- I24 Fluoruros. Método Thermo orion Scientific star A329
- I25 Nitritos. Método Espectrofotómetro UV-VS-1800.

Práctica A2.

“Alcalinidad. Valoración por Neutralización”

1. Introducción

Definimos la alcalinidad como la capacidad del agua para neutralizar ácidos y representa la suma de las bases que pueden ser tituladas. Dado que la alcalinidad de aguas superficiales está determinada generalmente por el contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, ésta se toma como un indicador de dichas especies iónicas. No sólo representa el principal sistema amortiguador (tampón, buffer) del agua dulce, sino que también desempeña un rol principal en la productividad de cuerpos de agua naturales, sirviendo como una fuente de reserva de CO_2 para la fotosíntesis.

La determinación de la alcalinidad es de suma importancia en los procesos de potabilización del agua ya que la eficiencia del proceso de coagulación depende fuertemente de este parámetro; asimismo, en el antiguo proceso de ablandamiento químico del agua la medida de la alcalinidad es fundamental para determinar las cantidades necesarias de cal y carbonato de sodio para lograr la precipitación de las sales de calcio y magnesio.

2. Objetivo

Determinar la alcalinidad en muestras de agua naturales.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para la determinación de alcalinidad en agua por medio de titulometría.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio el buen uso de las instalaciones del laboratorio, de los equipos y de una buena preparación de los reactivos para la realización de este ensayo.

5. Principio del Método

5.1 Métodos volumétricos.

La valoración o titulación es un método de análisis químico cuantitativo en el laboratorio, que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo conocido. Debido a que las medidas de volumen juegan un papel fundamental en las titulaciones, se le conoce también como análisis volumétrico.

Un reactivo llamado “valorante” o “titulador”, de volumen y concentración conocida (una solución estándar o solución patrón) se utiliza para que reaccione con una

solución del analito, de concentración desconocida. Utilizando una bureta calibrada para añadir el valorante es posible determinar la cantidad exacta que se ha consumido cuando se alcanza el punto final. El punto final es el punto en el que finaliza la valoración, y se determina mediante el uso de un indicador. Idealmente es el mismo volumen que en el punto de equivalencia—el número de moles de valorante añadido es igual al número de moles de analito, algún múltiplo del mismo (como en los ácidos polipróticos). En la valoración clásica ácido fuerte-base fuerte, el punto final de la valoración es el punto en el que el pH del reactante es exactamente 7, y a menudo la solución cambia en este momento de color de forma permanente debido a un indicador. Sin embargo, existen muchos tipos diferentes de valoraciones (ver más adelante). Pueden usarse muchos métodos para indicar el punto final de una reacción: a menudo se usan indicadores visuales (cambian de color).

En una titulación o valoración ácido-base simple, puede usarse un indicador de pH, como la fenolftaleína, que es normalmente incolora pero adquiere color rosa cuando el pH es igual o mayor que 8,2. Otro ejemplo es el naranja de metilo, de color rojo en medio ácido y amarillo en disoluciones básicas. No todas las titulaciones requieren un indicador.

En algunos casos, o bien los reactivos o los productos son fuertemente coloreados y pueden servir como "indicador". Por ejemplo, una titulación o valoración redox que utiliza permanganato de potasio como disolución estándar (rosa/violeta) no requiere indicador porque sufre un cambio de color fácil de detectar pues queda incolora al reducirse el permanganato. Después del punto de equivalencia, hay un exceso de la disolución titulante (permanganato) y persiste un color rosado débil que no desaparece.

Debido a la naturaleza logarítmica de la curva de pH, las transiciones en el punto final son muy rápidas; y entonces, una simple gota puede cambiar el pH de modo muy significativo y provocar un cambio de color en el indicador. Hay una ligera diferencia entre el cambio de color del indicador y el punto de equivalencia de la titulación o valoración. Este error se denomina error del indicador. Por este motivo es aconsejable efectuar determinaciones en blanco con el indicador y restarle el resultado al volumen gastado en la valoración.

5.2.Determinación de alcalinidad.

La alcalinidad se determina por titulación con una solución estándar de ácido mineral fuerte a los puntos sucesivos de equivalencia del bicarbonato y el ácido carbónico. El indicador de fenolftaleína permite cuantificar la alcalinidad a la fenolftaleína. Para determinar la alcalinidad total se emplea el indicador anaranjado de metilo.

Alcalinidad: la alcalinidad de un agua es su capacidad para neutralizar un ácido. La alcalinidad de un agua natural se debe principalmente a los aniones bicarbonatos, carbonatos e hidróxidos.

Alcalinidad a la fenolftaleína: es la correspondiente a los iones hidróxidos más la mitad de la concentración de los iones carbonatos.

Alcalinidad total: es la atribuible a los iones hidróxidos, carbonatos y bicarbonatos.

Manual de laboratorio

Aguas naturales: Agua cruda, subterránea, de lluvia y superficial.

6. Interferencias.

Interfiere el Cloro Libre y Cloro Residual que pueda encontrarse en la muestra. Igualmente interfieren todas aquellas sustancias que puedan reducir total o parcialmente los indicadores de color, o aquellas sustancias que puedan reaccionar con ellos.

7. Material y equipo.

- Bureta de 50 ml
- Pipetas aforadas de 10, 20, 50 y 100 ml
- Pipetas graduadas de 5 ml
- Pera de succión
- Matraces erlenmeyer

8. Reactivos y Materiales

Tabla A2-1: Reactivos a utilizar en práctica A2

Nombre	Concentración	Fórmula	Cantidad	Volumen de solución.	PM	Densidad	Frases R y S
Agua	---	H ₂ O	3650 ml	----	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----
Carbonato de sodio	0.05 M	Na ₂ CO ₃	0.25 g	100 ml	105.98 g/mol	2540 kg/m ³	R36 S22, S26
Ácido Sulfúrico	0.1 M	H ₂ SO ₄	5.6 gotas	100 ml	98.08 g/mol	1800 kg/m ³	R-35
Fenoltaleína	---	C ₂ OH ₁₄ O ₄	0.1 g	10 ml	318.327	1227 kg/m ³	---
Hidróxido de Sodio	0.02 N	NaOH	0.08 g	100 ml	39.99 g/mol	2100 kg/m ³	R 53 S26, S36/37/39, S45
Anaranjado de Metilo	---	C ₁₄ H ₁₄ N ₃ NaO ₃ S	0.0125g	25	327.34 g/mol	---	R25 S37, S45
Alcohol etílico.	--	C ₂ H ₆ O	10 ml	----	47.07 g/mol	789 kg/m ³	R11, R61 S2, S7 S16

9. Acciones previas.

- Recolectar las muestras en recipientes de plásticos o vidrio de buen cierre. Mantener la muestra refrigerada a 4°C.
- Realizar la determinación dentro de las 24 horas de realizado el muestreo.

10. Descripción del procedimiento.

10.1 Preparación de soluciones.

- **Solución de carbonato de sodio aprox. 0.05 N**

Se disuelven 0.25 g de NaCO_3 puro, previamente secado a 250°C durante 4 horas, con agua destilada en matraz aforado de 100 ml.

Nota: No guardar esta solución más de una semana.

- **Ácido sulfúrico 0.1 N**

Se diluyen 0.28 ml de H_2SO_4 concentrado a 100 ml con agua destilada en matraz aforado.

Se estandariza con solución de NaCO_3 0.05 N. Se toman 5.0 ml de solución de NaCO_3 , se diluyen a 50 ml con agua destilada y se agregan 3 gotas de anaranjado de metilo. Se deja caer desde una bureta H_2SO_4 0.1 N hasta viraje del color amarillo a salmón.

- **Ácido sulfúrico 0.02 N**

Se diluyen 20 ml de la solución de H_2SO_4 0.1 N a 100 ml con agua destilada en matraz aforado.

Se estandariza con solución de NaCO_3 0.05 N. Se toman 5.0 ml de solución de NaCO_3 0.05 N, se diluyen a 50 ml con agua destilada, y se agregan 3 gotas de anaranjado de metilo. Se deja caer desde una bureta H_2SO_4 0.02 N hasta viraje del color amarillo a salmón.

Cálculos:

$$N = \frac{A * B}{C * 53}$$

Dónde:

- N es la normalidad del ácido usado, equivalentes/l.
- A son los gramos de carbonato de sodio pesados en la preparación de la solución de NaCO_3 0.05 N
- B ml de solución de carbonato de sodio tomados para la valoración del ácido.
- C son los ml de ácido H_2SO_4 aprox. 0.1 N o 0.02 N agregados a la solución de NaCO_3 .
- Son los gramos por equivalente de carbonato de sodio.

- **Hidróxido de sodio 0.02 N**

Se disuelven 0.08 g de NaOH en 100 ml de agua destilada.

- **Fenolftaleína**

Se disuelven 0.1 g de fenolftaleína en 10 ml de alcohol etílico. Se agregan 10 ml de agua destilada. Se añade NaOH 0.02 N, de a gotas, hasta la aparición de una muy ligera coloración rosa.

- **Anaranjado de metilo**

Se disuelven 0.05 g de anaranjado de metilo en 25 ml de agua destilada. Guardar en frasco color ámbar.

10.2 Procedimiento General.

- **Alcalinidad a la fenolftaleína**

Tomar en un enlenmeyer de 250 ml, 50 ml de muestra o una alícuota diluida a 50 ml. Se agregan 2 gotas de fenolftaleína y si aparece coloración rosada se titula sobre una superficie blanca, con H₂SO₄ 0.02 N hasta desaparición del color rosado. Registrar el volumen de ácido utilizado.

- **Alcalinidad total**

Se agregan 3 gotas de anaranjado de metilo a la solución en que se ha determinado la alcalinidad a la fenolftaleína. Se titula, sobre una superficie blanca, con H₂SO₄ 0.02 N hasta coloración rojiza. Registrar el total de ml de ácido utilizado.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

$$\text{Alcalinidad total como CaCO}_3 \text{ en mg/l} = \frac{AxN(50)(1000)}{B}$$

Dónde:

- A es el volumen total gastado de ácido en la titulación al vire del anaranjado de metilo en ml;
- N es la normalidad de la solución de ácido;
- B es el volumen de la toma en ml;
- 50 es el factor para convertir eq/l a mg CaCO₃/l, y
- 1 000 es el factor para convertir ml a litro.

12. Precisión y sesgo.

La precisión de las medidas volumétricas depende del ojo del observador y de la habilidad en el manejo de equipo instrumental de laboratorio por parte del investigador, además también del conocimiento teórico de las técnicas correctas para la utilización de equipo volumétrico.

13. Referencias

- American Public Health Association. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20 th Edition.

Práctica A8.

“Determinación de Cloruros en Aguas Naturales. Valoración por Precipitación”

1. Introducción

Las aguas naturales tienen contenidos muy variables en cloruros dependiendo de las características de los terrenos que atraviesen pero, en cualquier caso, esta cantidad siempre es menor que las que se encuentran en las aguas residuales, ya que el NaCl es común en la dieta y pasa inalterado a través del aparato digestivo.

El aumento en cloruros de un agua puede tener orígenes diversos. Si se trata de una zona costera puede deberse a infiltraciones de agua del mar. En el caso de una zona árida el aumento de cloruros en un agua se debe al lavado de los suelos producido por fuertes lluvias. En último caso, el aumento de cloruros puede deberse a la contaminación del agua por aguas residuales.

Los contenidos en cloruros de las aguas naturales no suelen sobrepasar los 50-60 mg/l. El contenido en cloruros no suele plantear problemas de potabilidad a las aguas de consumo. Un contenido elevado de cloruros puede dañar las conducciones y estructuras metálicas y perjudicar el crecimiento vegetal.

2. Objetivo

Determinar la concentración del ion cloruro en muestras de aguas limpias por el Método Argentométrico (Método Mohr).

3. Alcance

Esta normativa técnica se utiliza para la determinación del ion cloruro en aguas limpias que contengan concentraciones de cloruros entre 1.5 y 100 mg/l. Se podrán determinar concentraciones mayores por dilución de la muestra.

4. Responsabilidades

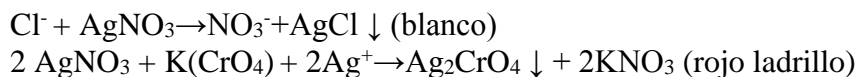
Es responsabilidad del técnico de laboratorio el buen uso de las instalaciones del laboratorio, de los equipos y de una buena preparación de los reactivos para la realización de este ensayo.

5. Principio del método

El método Mohr se utiliza para determinar iones cloruro mediante una valoración de precipitación, donde el ion cloruro precipita como AgCl (cloruro de plata), utilizando como patrón una solución de AgNO₃ (nitrato de plata) de concentración conocida y como indicador el K₂CrO₄ (cromato de potasio) que comunica a la solución en el punto inicial una coloración amarilla y forma en el punto final un precipitado rojo ladrillo de Ag₂CrO₄ (cromato de plata) observable a simple vista.

Manual de laboratorio

La solución problema debe tener un pH neutro o cercano a la neutralidad, ya que si el $\text{pH} \ll 7$ se disolvería el Ag_2CrO_4 y dificultaría la detección del punto final de la valoración y un $\text{pH} \gg 7$ provocaría la precipitación del catión Ag^+ como AgOH (hidróxido de plata) de color pardo y cometeríamos error.



Como la solubilidad del $\text{Ag}_2\text{CrO}_4(\text{s})$ es mayor que la del $\text{AgCl}(\text{s})$, este último precipita primero. Frente al primer exceso de AgNO_3 añadido, el catión Ag^+ reacciona con el K_2CrO_4 (no hay Cl^- libre en solución) precipitando así el Ag_2CrO_4 y marcando el punto final de la valoración por la aparición del precipitado de color rojo ladrillo producido por él.

- Este método solo determina cloro en forma de cloruro (Cl^-), ya que los cloratos, percloratos y derivados clorados orgánicos no reaccionan con el AgNO_3 y además no es aplicable en presencia de sustancias como:
 - Aniones que formen sales de plata pocos solubles en solución neutra (ej.: Bromuro, yoduro, arseniato).
 - Agentes reductores que reduzcan el catión Ag^+ a plata metálica (ej.: Fe^{2+}).
 - Cationes que formen cromatos poco solubles (ej.: bario, hierro)
 - El pH óptimo para llevar a cabo el análisis de cloruros es de 7.0 a 8.3

6. Interferencias

Sustancias en cantidades normalmente encontradas en aguas no interfieren.

Los iones bromuros, yoduros y cianuros son medidos como equivalentes de la concentración de cloruros.

Los iones sulfuros, tiosulfatos y sulfitos afectan la determinación pero pueden ser eliminados por tratamiento con peróxido.

Ortofosfato en concentraciones mayores a 25 mg/l, produce precipitados de fosfato de plata.

Hierro en concentraciones mayores a 10 mg/l, enmascara el punto final de la titulación.

7. Material y equipo

- Balanza analítica
- Estufa
- 3 Matraz aforado de 25 ml
- Frasco color ámbar
- Filtro Whatman N° 41
- Pipeta aforada de 25 ml

Manual de laboratorio

- 4 beakers de 50 ml
- Bureta de 10 ml
- Pipeta graduada de 5 ml
- Gotero
- Espátula
- Vidrio reloj
- Embudo
- Pera

8. Reactivos y materiales

Tabla A8-1: Reactivos a utilizar en práctica A8

Nombre	Concentración	Fórmula	PM	Densidad	Frases R y S	Cantidad	Volumen de solución
Agua	---	H ₂ O	18.01528 g/mol	1000 kg/m ³	----	---	
Cloruro de Sodio	0.0141 N	NaCl	58.4 g/mol	2165 kg/m ³	---	0.8240 g	25 ml
Nitrato de Plata	0.0141 N	AgNO ₃	169.87 g/mol	4400 kg/m ³	R-34-50-53 S-26-45-60-61	2.395 g	25 ml
Cromato de Potasio	----	K ₂ CrO ₄	194.21 g/mol	2730kg/m ³	R49-46 S53-45-60	5 g	25 ml

9. Acciones previas

Recolectar la muestra en frascos de plástico o vidrio, de un volumen mínimo de 100 ml. No es necesario el agregado de preservante. Se puede guardar por 28 días.

10. Descripción del procedimiento

10.1 Preparación de Reactivos

- Solución estándar de Cloruro de sodio 0.0141 N
Se disuelven 0.0206 g de NaCl, secado previamente a 140°C, con agua destilada en matraz aforado de 25 ml. (1ml = 0.5 mg de Cl⁻)
- Solución estándar de Nitrato de plata 0.0141 N
Se disuelven 0.05988 g de AgNO₃, previamente secado a 105°C, con agua destilada en matraz aforado de 25 ml. (1ml = 0.5 mg de Cl⁻).
Guardar en frasco color ámbar y estandarizar contra la solución de cloruro de sodio.
- Solución indicadora de cromato de potasio
Se disuelven 1.25 g de K₂CrO₄ en aproximadamente 7.5 ml de agua destilada. Se agrega solución de AgNO₃ hasta que se forme un precipitado rojo. Se deja reposar 12 horas, se filtra con filtro Whatman N° 41 y se diluye a 25 ml con agua destilada.

10.2 Normalización de la solución de nitrato de plata

- Se colocan 5 ml de la solución de NaCl en un beaker 50 ml y se diluye a 25 ml con agua destilada.
- Se prepara un blanco de comparación de color, colocando 25 ml de agua destilada en un beaker de 50 ml.
- Se agrega 5 gotas de solución de K_2CrO_4 tanto al blanco como a la solución de NaCl.
- Se agrega al blanco, solución de $AgNO_3$, desde una bureta hasta aparición de color amarillo-rosado.
- Se agrega a la solución de NaCl, solución de $AgNO_3$ desde una bureta hasta aparición de un color igual al blanco.

10.3 Determinación de cloruros

- Si la muestra es altamente coloreada, se agrega 3 ml de suspensión de hidróxido de aluminio, se mezcla, se sedimenta y se filtra.
- El pH de la muestra debe estar entre 7 y 10. Se puede ajustar el pH con ácido sulfúrico o hidróxido de sodio.
- Se colocan 25 ml de la muestra, o una porción adecuada diluida a 25 ml con agua destilada, en un beaker de 50 ml.
- Se prepara un blanco de comparación de color, colocando 25 ml de agua destilada en un beaker de 50 ml.
- Se agrega 5 gotas de solución de K_2CrO_4 tanto al blanco como a la muestra.
- Se agrega al blanco, solución de $AgNO_3$, desde una bureta hasta aparición de color amarillo-rosado.
- Se valora la muestra con solución de $AgNO_3$ 0.0141 N agitando continuamente hasta la aparición de un color igual al blanco.

11. Cálculos y expresión de resultados

11.1 Normalización de la solución de nitrato de plata

Calcular la normalidad utilizando la siguiente fórmula:

$$N_{NaCl} = \frac{m_{NaCl}}{V_{NaCl}} * \frac{1 \text{ meq}}{\frac{58.4g}{1000g}}$$

DONDE:

N_{NaCl} = Normalidad de la solución estándar de Cloruro de sodio

m_{NaCl} = Peso del Cloruro de sodio (g).

V_{NaCl} = Volumen de disolución de la solución estándar de Cloruro de sodio.

Manual de laboratorio

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{V_{\text{NaCl}} * N_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}}$$

DONDE:

N_{AgNO_3} = Normalidad de la solución estándar de Nitrato de plata.

V_{AgNO_3} = Volumen de la solución estándar Nitrato de plata

V_{NaCl} = Volumen tomado de la solución de Cloruro de sodio para dilución en la titulación

N_{NaCl} = Normalidad de la solución estándar de Cloruro de sodio.

11.2 Determinación de cloruros

$$\frac{mg}{l} Cl^- = \frac{(A - B) * N * 35450}{V}$$

Dónde:

A = ml de AgNO_3 gastados en la valoración de la muestra

B = ml de AgNO_3 gastados en la valoración del blanco

V = volumen de muestra tomados para el ensayo (ml).

12 Precisión y sesgo

El método es preciso si cuando se hace la misma determinación repetidas veces se halla siempre el mismo valor. La precisión absoluta es difícil, si no imposible de lograr, pues tanto los equipos como los materiales de laboratorio tienen cierto margen de error que sumados contribuyen al error final de la prueba.

13 Alternativas de análisis

Dentro del laboratorio de geotermia de la Planta Piloto de la EIQA se cuenta con un electrodo de iones selectivos de Cloro y el Hanna Instrument C102, instrumentos con que se pueden realizar mediciones de Cloro.

14 Referencias

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20 th Edition. Washington, APHA, 1998.
- Facultad de Ingeniería. (2010). Trabajo práctico n° 4: volumetría de precipitación. Agosto 14, 2014, de Universidad Nacional del Nordeste, Argentina. Sitio web: <http://ing.unne.edu.ar/pub/quimica/ab2/TP4.pdf>

Práctica A11

“Determinación de sulfuro método yodométrico”

1. INTRODUCCION.

Los sulfuros se encuentran a menudo en el agua subterránea, especialmente en manantiales calientes. Su presencia común en las aguas residuales se debe en parte a la descomposición de la materia orgánica, presente a veces en los residuos industriales, pero procedente casi siempre de la reducción bacteriana de los sulfatos.

La concentración umbral para H_2S en agua limpia está comprendida entre 0.025 y 0.25 mg/l. El H_2S ataca directa e indirectamente a los metales y ha producido corrosiones graves en las conducciones de cemento por oxidarse biológicamente a H_2SO_4 en las paredes de las tuberías.

2. OBJETIVOS

Determinar la concentración de sulfuro en efluentes industriales, en concentraciones superiores a 20 mg/l

3. ALCANCE

Este método es útil tanto para la estandarización de los patrones de sulfuro, como para efectuar valoraciones directamente en muestras de agua.

4. RESPONSABILIDADES

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. PRINCIPIOS DEL METODO.

Se basa en la valoración del S^{-2} de mediante oxidación con yodo que lo transforma en azufre elemental. Este método es útil tanto para la estandarización de los patrones de sulfuro, como para efectuar valoraciones directamente en muestras de agua.

6. INTERFERENCIAS.

No debe existir presencia de mercurio en agua ya que el sulfuro de mercurio es muy insoluble en agua.

7. MATERIAL Y EQUIPO

- 5 Beaker de 100 ml.
- 1 Bureta de 50 ml.
- Matraz aforado de 50 ml
- Pipetas graduadas de 10 ml.
- Balanza analítica
- 1 Gotero

Manual de laboratorio

- 1 Espátula

8. REACTIVOS Y SOLUCIONES

Tabla A11-1: Reactivos a utilizar en práctica A11

Nombre	Concentración	Fórmula	PM	Densidad	Frases R y S	Cantidad	Volumen de dilución
Hidróxido de sodio	----	NaOH	39.997g/mol	2100 kg/m ³	R35 S1/2 S37/39 S45 S50 S37/7/8/9 S18, S 24/25 S27	0.02 g	50 ml
Ácido Clorhídrico	37%	HCl	36.46 g/mol	1190 kg/m ³	R35 R37 S26 S36/37/39 S45	5 ml	10 ml
Tiosulfato de sodio	----	Na ₂ O ₃ S ₂	158.1	----	R7-22-31	0.31025 g	50 ml
Yodo	----	I ₂	253.8 g	4930 kg/m ³	R20/21-50 S23-25-61	0.16 g	50 ml
Yoduro de potasio	-----	KI	166 g/mol	3130 kg/m ³	R3-24-42- 43-61 S26-36-37- 39-45	1 g	50 ml
Almidón	----	-----	----	-----	-----	5 gotas	-
Agua destilada	-----	H ₂ O	18.01528 g/mol	1000 g/cm ³	-----	3 l	-

9. ACCIONES PREVIAS:

- Los resultados más reales son obtenidos de muestras frescas. Si las muestras van a ser analizadas durante las 24 horas de su obtención, hay que refrigerar sin acidificar a 4° C.
- Para la preservación de las muestras por más de 28 días hay que congelarlas a -20° C, o conservar las muestras acidificando a pH<2 y almacenar a 4° C.
- Si se conservan las muestras con ácido, se deben neutralizar con una base fuerte antes de realizar la determinación.

ADVERTENCIA: aunque la acidificación es conveniente para algunos tipos de muestras, esta produce interferencias cuando el amonio está presente en sólidos sin filtrar.

10. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO:

10.1 PREPARACIÓN DE REACTIVOS

- Ácido clorhídrico 6N: Diluir en relación 1:1 ácido clorhídrico concentrado en agua destilada. Si se tiene HCl al 37% que equivale a 12.06 N, tomar 5 ml y diluir a 10 ml en un matraz aforado.
- Solución Estándar de tiosulfato 0.0025N: Disolver 0.31025 g de tiosulfato en agua destilada. Agregar 0.02 g de NaOH y diluir a 50 ml.
- Disolución patrón de yodo 0,025 N: Disolver 1 g de KI en 45 ml de agua destilada y añadir 0.16 g de I₂. Después de disolver el I₂, enrasar a un total de 50 ml y estandarizar con disolución de tiosulfato sódico 0.025 N usando 1 gota de disolución de almidón al 0,5% como indicador. Sea "C" la concentración de esta disolución de yodo.

10.2 Determinación

- Añadir 5 ml de disolución valorada de I₂ en un recipiente de vidrio apto para la volumetría.
- Añadir 20 ml de agua problema y 0.5 ml de HCl 6N. Si desaparece el color debido al yodo, añadir más disolución de I₂ para que de nuevo se coloree. En total anotar los ml de disolución de yodo añadidos "A".
- Proceder a la valoración con disolución 0,025N de tiosulfato, hasta desaparición del color azul. Se habrán gastado "B" ml.

11. CALCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Tabla A11-2: Recolección de datos de práctica A11

Muestra	Volumen gastado (ml)
1	
2	
3	
PROMEDIO	

La concentración total en sulfuros de la muestra problema (o del patrón) se obtiene aplicando la fórmula:

$$\text{mg/l de S}^{-2} = 16.000 * [(A * C)] - (B * 0,025) / \text{ml de muestra}$$

12. REFERENCIAS:

- ORION RESEARCH INCORPORATED. Instruction Manual sulphide ion electrode, silver ion electrode. 1980.

Práctica I9.

“Determinación de Sulfatos en Agua. Instrumento: Espectrofotómetro UV visible”

1. Introducción

Al igual que los cloruros, el contenido en sulfatos de las aguas naturales es muy variable y puede ir desde muy pocos miligramos por litro hasta cientos de miligramos por litros.

Los sulfatos pueden tener su origen en que las aguas atraviesen terrenos ricos en yesos o a la contaminación con aguas residuales industriales.

El contenido de sulfatos no suele presentar problema de potabilidad a las aguas de consumo pero, en ocasiones, contenidos superiores a 300 mg/l pueden ocasionar trastornos gastrointestinales en los niños. Se sabe que los sulfatos de sodio y magnesio pueden tener acción laxante, por lo que no es deseable un exceso de los mismos en las aguas de bebida.

2. Objetivo

Determinar la cantidad de sulfatos en muestras de aguas naturales.

3. Alcance

Este procedimiento técnico se utiliza para la determinación de sulfatos en aguas naturales para concentraciones entre 1 y 40 mg/l.

4. Principio del Método

El ion sulfato es precipitado en medio acético con cloruro de bario para formar cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme.

La absorción de luz producida por la suspensión del sulfato de bario se mide con un espectrofotómetro y la concentración de sulfato es determinada por comparación con la lectura realizada en una curva estándar.

5. Material y equipo.

- Espectrofotómetro a longitud de onda de 420 nm con un camino óptico 2.5 a 10 cm con la celda correspondiente.
- 1 cronómetro.
- Espátula.
- 5 beakers de 50 ml.
- Pipetas volumétrica de 5 y 10 ml.
- 3 Matraces aforado de 25 ml.
- 2 matraces aforados de 50 ml

6. Reactivos y Materiales

Tabla I9-1: Reactivos a utilizar en práctica I9

Nombre	Fórmula	PM	Densidad	Frases R y S	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³	----	----
Cloruro de Magnesio	MgCl ₂ .6H ₂ O	203.21 g/mol	2.32 g/cm ³	R-36-37-38 S-26-37-39	1.5 g
Nitrato de Potasio	KNO ₃	101.103 g/mol	2.1 g/cm ³	R-8 S-16-41	0.025 g
Acetato de Sodio	CH ₃ COONa.3H ₂ O	136.04 g/mol	1.45 g/cm ³	S22-24-25	0.25 g
Ácido Acético	CH ₃ COOH	60.05 g/mol	1.049 g/cm ³	R-10-35 S-23c-26-45	1 ml
Sulfato de Sodio	Na ₂ SO ₄	142.04 g/mol	2.664 g/cm ³	S-02-22-26-46	0.00648g
Cloruro de bario	BaCl ₂	208.23 g/mol	3.856 g/cm ³	R-20-25 S-1-2-45	----

7. Acciones Previas

Recolectar la muestra en botellas de plástico o vidrio y mantenerla refrigerada a 4°C como máximo 28 días.

8. Descripción del Procedimiento

Preparación de reactivos

a) Solución Buffer A (necesario cuando la concentración de sulfatos de la muestra es mayor a 10 mg/l):

Disolver 1.50 g de cloruro de magnesio (MgCl₂.6H₂O), 0.25 g de acetato de sodio (CH₃COONa.3H₂O), 0.05 g de nitrato de potasio (KNO₂) y 1 ml de ácido acético (CH₃COOH) (96 %), en agua destilada. Llevar a 50 ml.

b) Solución Buffer B (necesario cuando la concentración de sulfatos de la muestra es menor a 10 mg/l):

Disolver 1.50 g de cloruro de magnesio (MgCl₂.6H₂O), 0.25 g de acetato de sodio (CH₃COONa.3H₂O), 0.05 g de nitrato de potasio (KNO₃), 0.00556 g de sulfato de sodio (Na₂SO₄) y 1 ml (10 gotas) de ácido acético (CH₃COOH) (96 %), en agua destilada. Llevar a 50 ml.

Manual de laboratorio

- c) Cristales de cloruro de bario (BaCl_2):
Moler el cloruro de bario (99,995; Merck) durante 15 minutos y pasar por tamiz N° 25.
- d) Solución estándar de sulfato 100 mg/l:
Pesar exactamente 0.0037 g de sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4) y disolver en agua destilada, llevar a 25 ml en matraz aforado.

Curva de calibración para concentración de sulfatos menor a 10 mg/l:

- a) Tomar de la solución estándar de sulfatos con pipeta volumétrica:
Para el estándar de 2 mg /l: tomar 0.5 ml de la solución de 100 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.
Para el estándar de 5 mg/l: tomar 1.25 ml de la solución de 100 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.
Para el estándar de 7 mg/l: tomar 1.75 ml de la solución de 100 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.
- b) Pasar cada solución a un beaker de 50 ml y agregar 5 ml de solución buffer B con pipeta volumétrica.
Para el blanco tomar 25 ml de agua destilada y agregar 5 ml de solución buffer B con pipeta volumétrica.
- c) Agregar a cada solución una espátula N° 20 de cristales de BaCl_2 y agitar a velocidad constante (5) durante 60 ± 2 segundos.
- d) A los 5 ± 0.5 min de finalizada la agitación medir la absorbancia a 420 nm.
- e) Graficar absorbancia vs mg SO_4^{2-} /l. Dónde: y = absorbancia; x = concentrado (mg/l).

Curva de calibración para concentración de sulfatos entre 10 y 40 mg/L:

- f) Tomar de la solución estándar de sulfatos con pipeta aforada:
Para el estándar de 10 mg /l: tomar 2.5 ml de la solución de 100 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.
Para el estándar de 20 mg/l: tomar 5 ml de la solución de 100 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.
Para el estándar de 40 mg/l: tomar 10 ml de la solución de 100 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.
- g) Pasar cada solución a un beaker de 50 ml y agregar 5 ml de solución buffer B con pipeta volumétrica.
Para el blanco tomar 25 ml de agua destilada y agregar 5 ml de solución buffer B con pipeta volumétrica.
- h) Agregar a cada solución una espátula N° 20 de cristales de BaCl_2 y agitar a velocidad constante (5) durante 60 ± 2 seg.
- i) A los 5 ± 0.5 min de finalizada la agitación medir la absorbancia a 420 nm.
- j) Graficar absorbancia vs mg SO_4^{2-} /l. dónde: y = absorbancia; x = conc (mg/l).

Determinación:

- Tomar 25 ml de la muestra en un beaker de 50 ml. Agregar 5 ml de solución buffer A cuando se estime que la concentración de sulfatos es mayor a 10 mg/l, o 5 ml de solución buffer B si se estima que la concentración de sulfato es menor a 10 mg/l.
- Agregar a cada solución una espátula N° 20 de cristales de BaCl₂ y agitar a velocidad constante (5) durante 60 ± 2 segundos.
- A los 5 ± 0.5 min de finalizada la agitación medir la absorbancia a 420 nm.
- Si la muestra posee color y/o turbidez medir la absorbancia de la muestra sin el agregado de buffer ni de BaCl₂. (Blanco de muestra).

9. Cálculos y Expresión de Resultados

Tabla I9-2: Recolección de datos de práctica I9

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN
1		
2		
3		

$$mg SO_4^{2-}/l = C \times 1000/V$$

Dónde:

C: mg/l de la muestra, determinado con la curva de calibración, usando como dato de absorbancia (Abs. Muestra – Abs blanco de muestra)

V: ml de muestra tomados para la determinación.

10. Precisión

El UV-1800 cuenta con funciones de validación del instrumento: exactitud de longitud de onda, repetibilidad de longitud de onda, resolución, luz espuria, exactitud fotométrica, repetibilidad fotométrica, uniformidad de la línea de base, estabilidad de la línea de base, y nivel de ruido

11. Referencias

- American Public Health Association. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20 th Edition. Washington, APHA, 1998 pp 2-26
- Manual de procedimientos analíticos para agua y efluentes – DINAMA – MVOTMA – Edición 1996

Práctica I10.

“Determinación de Fosfatos. Método colorimétrico Ácido vanado molibdofosfórico. Instrumento: Espectrofotómetro UV Visible”

1. Introducción

Los fosfatos son compuestos formados por fósforo, elemento cuyo átomo se encuentra rodeado en una disposición de átomos de oxígeno.

Los fosfatos se encuentran en la naturaleza en forma de minerales y también son nutrimentos presentes en todos los seres vivientes.

Los fosfatos se encuentran en los fertilizantes y los detergentes y pueden llegar al agua con el escurrimiento agrícola, los desechos industriales y las descargas de aguas negras.

Los científicos han determinado que cuando hay demasiado fosfato en un río o lago, las plantas crecen más. Cuando el crecimiento de las plantas aumenta, el agua se pone turbia y de un color verdoso, el cual proviene de la clorofila que contienen las pequeñas plantas flotantes.

El exceso de plantas en el agua puede causar resultados negativos, ya que, cuando estas plantas mueren, lo cual es muy a menudo en el caso de plantas minúsculas como las algas, caen al fondo.

Una vez allí, las bacterias descomponen las partes de las plantas muertas y consumen la mayor parte del oxígeno en el agua.

Las bacterias consumen más oxígeno del que crean las plantas por medio de la fotosíntesis. Por este motivo, el exceso de plantas en el agua disminuye la cantidad de oxígeno, exterminando a los peces e insectos acuáticos. Si sigue habiendo un aporte de fosfatos al agua, el ciclo continúa y la calidad del agua se deteriora.

1.1 Usos del fosfato

- Agente de saponificación de grasas
- Decapante de pinturas debido a que en medio acuoso da disoluciones muy básicas. Se utiliza a nivel industrial para limpiar metales.
- En alimentación. Fabricación de quesos, emulsionante.
- Aditivo al jamón, evita pérdida de agua.
- En procesos de fosfatización de metales. Tratamiento anticorrosión previo a la pintura.
- Se utiliza como levadura artificial en panadería.
- Se añade en pastas de dientes con flúor. El difosfato es el más inerte de los fosfatos. Se utiliza como abrasivo puesto que no interfiere con los compuestos que contienen flúor.
- Se ha utilizado en detergentes para ablandar el agua.
- Evita que se formen espumas insolubles de jabón cuando se lava con aguas duras.
- El trifosfato se utiliza como dispersante en fabricación de cementos y ladrillos.
- También en perforaciones petrolíferas para mejorar las propiedades mecánicas de los suelos.

2. Objetivo

Determinar la cantidad de fosfatos en la forma ortofosfato en aguas mediante un método de colorimetría.

3. Alcance

El método de Ácido vanado molibdofosfórico es más útil para el análisis de rutina en la gama de 1 a 20 mg de P/l.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principio del método

En una solución diluida de ortofosfato, molibdato de amonio reacciona en condiciones ácidas para formar un heteropoliácido, ácido molibdofosfórico. En la presencia de vanadio, se forma ácido vanado molibdofosfórico amarillo. La intensidad del color amarillo es proporcional a la concentración de fosfato.

6. Interferencia

- Interferencia positiva es causado por sílice y arseniato sólo si se calienta la muestra.
- Las Interferencias negativas son causadas por arseniato, fluoruro, torio, bismuto, sulfuro, tiosulfato, tiocianato, o el exceso de molibdato.
- El color azul es causada por el hierro ferroso, pero esto no afecta a los resultados si la concentración de hierro ferroso es de menos de 100 mg / L.
- La interferencia del sulfuro de puede eliminarse por oxidación con agua de bromo.
- Los iones que no interfieren en concentraciones de hasta 1000 mg/L son Al^{3+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Li^{+} , Na^{+} , K^{+} , NH_4^{+} , Cd^{2+} , Mn^{2+} , Pb^{2+} , Hg^{+} , Hg^{2+} , Sn^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Ag^{+} , U^{4+} , Zr^{4+} , AsO_3^{-} , Br^{-} , CO_3^{2-} , ClO_4^{-} , CN^{-} , IO_3^{-} , SiO_4^{4-} , NO_3^{-} , NO_2^{-} , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , pirofosfato, molibdato, tetraborato, selenato, benzoato, citrato, oxalato, lactato, tartrato, formiato, y salicilato. Si HNO_3 se utiliza en la prueba, Cl-interfiere en 75 mg/l.

7. Equipo y materiales

- Equipos colorimétricos: Uno de los siguientes es necesario:
 - 1) Espectrofotómetro, para el uso de 400 a 490 nm
 - 2) Filtro de fotómetro, provista de un filtro azul o violeta que exhibe máxima transmitancia entre 400 y 470 nm.

Manual de laboratorio

La longitud de onda a la que se mide la intensidad del color depende de la sensibilidad deseada, ya que la sensibilidad varía diez veces con longitudes de onda de 400-490 nm. El hierro férrico provoca interferencias en longitudes de onda bajas, particularmente a 400 nm. Una longitud de onda de 470 nm por lo general se utiliza. Los intervalos de concentración para las diferentes longitudes de onda son:

Tabla I10-1: Intervalos de concentración para las diferentes longitudes de onda

Rango de lectura de P mg/l	Longitud de Onda nm
1.0– 5.0	400
2.0–10	420
4.0–18	470

b. Cristalería lavada con ácido:

- Matraz aforado de 50 ml
- Matraz Erlenmeyer
- Balanza
- Vidrio reloj
- Gotero
- Probeta 100 ml
- Un aparato de filtración
- Papel de filtro
- 5 vasos de precipitados 100 ml
- Espátula

8. Reactivos y soluciones

Tabla I10-2: Reactivos a utilizar en práctica I10

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de solución
Agua destilada	H ₂ O	18,01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-		-
El ácido clorhídrico 1 + 1.	HCl	36.46 g/mol	-	1.184 g/cm ³	R 35,37 S 26, 36/37/39, 45	16.5 ml	50 ml
Carbón activado	C	12.011 g/mol	Sól.	-	-	200 mg	-
Molibdato de amonio	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ · 4H ₂ O	1235.86 g/mol	Sól.	2.498 g/cm ³	R 22 S 24	1.25 g	50 ml
Metavanadato de amonio	NH ₄ VO ₃	116.98 g/mol	Sól.	2.3 g/cm ³	R 20, 25, 36/37 S 26, 37, 45	0.0625 g	50 ml
Fosfato monopotásico	KH ₂ PO ₄	136.0838 g/mol	-	2.34 g/cm ³	R 37/39 S 26, 27	0.00549 g	50 ml
fenolftaleína	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318.327 g/mol	-	-	R 45, 62, 68 S 45, 53	1 gota	50 ml

9. Acciones previas

Si las formas de fósforo disueltas deben ser diferenciadas, filtrar la muestra inmediatamente después de la recolección. Preservar por congelación o por debajo de -10°C . En algunos casos se puede añadir $40\text{ mg HgCl}_2/\text{l}$.

Las muestras, sobre todo cuando van a ser almacenadas por largos períodos antes de su análisis.

PRECAUCIÓN: HgCl_2 es una sustancia peligrosa, tomar las precauciones adecuadas en materia de eliminación, el uso de HgCl_2 no se anima. No agregue ácido o CHCl_3 como conservante en que las formas de fósforo están por determinar. Si el fósforo total solo se va a determinar, añadir H_2SO_4 o HCl a $\text{pH} < 2$ y enfriar a 4°C , o congelar sin adiciones.

No guarde las muestras que contienen concentraciones bajas de fósforo en botellas de plástico a menos que se mantenga en un estado de congelación porque los fosfatos pueden ser adsorbidos sobre las paredes de las botellas de plástico.

Enjuague todos los recipientes de vidrio con HCl diluido caliente, luego enjuague varias veces en agua para reactivos. Nunca utilice detergentes comerciales que contienen fosfato para la cristalería utilizada en el análisis de fosfato de limpieza.

10. Procedimiento general

10.1 Preparación de reactivos

- El ácido clorhídrico, HCl , $1 + 1$. H_2SO_4 , HClO_4 o HNO_3 pueden sustituir a HCl . La concentración de ácido en la determinación no es crítica, pero se recomienda una concentración final de la muestra de $0,5\text{ N}$.
- El carbón activado. Eliminar las partículas finas de un enjuague con agua destilada.
- Reactivo de Vanadato-molibdato:
 - Solución A: disolver $1,25\text{ g}$ de molibdato de amonio, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, en 15 ml de agua destilada.
 - Solución B: Disolver $0,0625\text{ g}$ de metavanadato de amonio, NH_4VO_3 , por calentamiento a ebullición en 15 ml de agua destilada. Enfriar y añadir $16,5\text{ ml}$ de HCl concentrado. Enfriar la solución B a temperatura ambiente, se vierte la solución A la solución B, mezclar y diluir a 50 L en un matraz aforado.
- Solución de fosfato estándar: Disolver en agua destilada $0,01098\text{ g}$ de KH_2PO_4 anhidro y se diluye hasta 50 ml ; $1,00\text{ ml} = 50,0\text{ }\mu\text{g PO}_4^{3-}\text{ P}$. [50 ppm]

10.2 Descripción del procedimiento

- Ajuste del pH de la Muestra: si el pH de la muestra es mayor que 10 , añadir $0,05\text{ ml}$ (1 gota) indicador de fenoltaleína a $50,0\text{ ml}$ de muestra y descargue el color rojo con $1 + 1\text{ HCl}$ antes de diluir a 100 ml .

Manual de laboratorio

b) Eliminación del color en la muestra: eliminar el color excesivo en la muestra por agitación alrededor de 50 ml con 200 mg de carbón activado en un matraz erlenmeyer durante 5 min y se filtra para eliminar el carbono.

Compruebe cada lote de carbón para el fosfato debido a que algunos lotes producen espacios altos de reactivos.

c) El desarrollo de color en la muestra: Colocar 17.5 ml o menos de la muestra, que contienen 0,05 a 1,0 mg de P, en un matraz aforado de 25 ml. Añadir 5 ml de reactivo vanadato-molibdato y diluir hasta la marca con agua destilada. Preparar un blanco en el que se sustituye 25 ml de agua destilada para la muestra.

Después de 10 minutos o más, medir la absorbancia de la muestra frente a un blanco en una longitud de onda de 400 a 490 nm, dependiendo de la sensibilidad deseada (ver 7a anterior). El color es estable durante días y su intensidad no se ve afectado por la variación en la temperatura ambiente.

d) Preparación de la curva de calibración: Preparar una curva de calibración mediante el uso de volúmenes adecuados de solución de fosfato estándar y procediendo como en 10.2c. Cuando el ion férrico es lo suficientemente bajo como para no interferir, trazar una familia de curvas de calibración de una serie de soluciones estándar para varias longitudes de onda. Esto permite una amplia latitud de concentraciones en una serie de determinaciones.

Analizar al menos una serie con cada serie de muestras.

- Para el estándar de 10 mg /l: tomar 10 ml de la solución de 50 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.
- Para el estándar de 20 mg/l: tomar 5 ml de la solución de 50 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.

11. Cálculos y expresión de los resultados.

Tabla I10-3: Recolección de datos de práctica I10

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN
1		
2		
3		

$$mg \frac{P}{l} = * \frac{mgP(\text{en } 50ml \text{ de volumen final}) * 1000}{ml \text{ de muestra}}$$

12. Referencia.

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. (1992). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. (18th Edition). Washington.

Práctica I11.

“Determinación de fosfatos. Método de cloruro Estañoso. Instrumento: Espectrofotómetro UV Visible”

1. Introducción

Los fosfatos son compuestos formados por fósforo, elemento cuyo átomo se encuentra rodeado en una disposición de átomos de oxígeno.

Los fosfatos se encuentran en la naturaleza en forma de minerales y también son nutrimentos presentes en todos los seres vivientes.

Los fosfatos se encuentran en los fertilizantes y los detergentes y pueden llegar al agua con el escurrimiento agrícola, los desechos industriales y las descargas de aguas negras.

Los científicos han determinado que cuando hay demasiado fosfato en un río o lago, las plantas crecen más. Cuando el crecimiento de las plantas aumenta, el agua se pone turbia y de un color verdoso, el cual proviene de la clorofila que contienen las pequeñas plantas flotantes.

El exceso de plantas en el agua puede causar resultados negativos, ya que, cuando estas plantas mueren, lo cual es muy a menudo en el caso de plantas minúsculas como las algas, caen al fondo.

Una vez allí, las bacterias descomponen las partes de las plantas muertas y consumen la mayor parte del oxígeno en el agua.

Las bacterias consumen más oxígeno del que crean las plantas por medio de la fotosíntesis. Por este motivo, el exceso de plantas en el agua disminuye la cantidad de oxígeno, exterminando a los peces e insectos acuáticos. Si sigue habiendo un aporte de fosfatos al agua, el ciclo continúa y la calidad del agua se deteriora.

1.1 Usos del fosfato

- Agente de saponificación de grasas
- Decapante de pinturas debido a que en medio acuoso da disoluciones muy básicas. Se utiliza a nivel industrial para limpiar metales.
- En alimentación. Fabricación de quesos, emulsionante.
- Aditivo al jamón, evita pérdida de agua.
- En procesos de fosfatización de metales. Tratamiento anticorrosión previo a la pintura.
- Se utiliza como levadura artificial en panadería.

2. Objetivo

Determinar la cantidad de fosfatos en la forma ortofosfato en aguas mediante un método de colorimetría.

3. Alcance

La concentración mínima detectable es de aproximadamente 3 $\mu\text{gP/l}$. La sensibilidad a 0,3010 absorbancia es de aproximadamente 10 mg P/l para un cambio de absorbancia de 0.009.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis

5. Principio del método

El ácido molibdofosfórico se forma y se redujo en un cloruro de estaño de intenso color azul de molibdeno. Este método es más sensible que el Método de Ácido vanado molibdofosfórico y hace medidas factibles abajo a 7 mg P/l por el uso de una mayor longitud de la trayectoria de luz. Por debajo de 100 mg P/l una etapa de extracción puede aumentar la fiabilidad y reducir la interferencia.

6. Interferencia

- Interferencia positiva es causado por sílice y arseniato sólo si se calienta la muestra.
- Las Interferencias negativas son causadas por arseniato, fluoruro, torio, bismuto, sulfuro, tiosulfato, tiocianato, o el exceso de molibdato.
- El color azul es causada por el hierro ferroso, pero esto no afecta a los resultados si la concentración de hierro ferroso es de menos de 100 mg/l.
- La interferencia del sulfuro de puede eliminarse por oxidación con agua de bromo.
- Los iones que no interfieren en concentraciones de hasta 1000 mg/l son Al^{3+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Cd^{2+} , Mn^{2+} , Pb^{2+} , Hg^+ , Hg^{2+} , Sn^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Ag^+ , U^{4+} , Zr^{4+} , AsO_3^- , Br^- , CO_3^{2-} , ClO_4^- , CN^- , IO_3^- , SiO_4^{4-} , NO_3^- , NO_2^- , SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , pirofosfato, molibdato, tetraborato, selenato, benzoato, citrato, oxalato, lactato, tartrato, formiato, y salicilato. Si HNO_3 se utiliza en la prueba, Cl-interfiere en 75 mg /l.

7. Equipo y materiales

El mismo aparato se requiere como para el Método Ácido vanado molibdofosfórico, excepto que se requiere una bombilla de pipeteado para la etapa de extracción. Establecer espectrofotómetro a 625 nm en la medición de extractos de benceno-isobutanol y a 690 nm para soluciones acuosas. Si el instrumento no está equipado para leer a 690 nm, utilizar una longitud de onda de 650 nm para soluciones acuosas, con algo reducida sensibilidad y precisión.

- 2 matraces aforado de 50 ml
- 5 matraces aforados de 25 ml
- Balanza analítica
- 2 Vidrio reloj
- Gotero
- Probeta 25 ml
- Un aparato de filtración
- Papel de filtro
- 5 vasos de precipitados 50 ml

Manual de laboratorio

- Espátula
- Pipeta graduada de 5 y 10 ml

8. Reactivos y soluciones

Tabla III-1: Reactivos a utilizar en práctica III

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de dilución
Agua destilada	H ₂ O	18,01528 g/mol	1 g/cm ³	-	-	-
molibdato de amonio	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O	1235.86 g/mol	2.498 g/cm ³	R 22 S 24	1.625 g	-
fenolftaleína	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318.327 g/mol	-	R 45, 62, 68 S 45, 53	0,05 ml (1 gota)	25 ml
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	98.08 g/mol	1.84 g/cm ³	R: 35 S: 1/2, 26, 30, 45	15 ml	-
Ácido nítrico	HNO ₃	63.01 g/mol	1.51 g/cm ³	R 8, 35 S 23, 26, 36, 45	2 gotas	25 ml
Cloruro estañoso	SnCl ₂ · 2H ₂ O	225.63 g/mol	2.7 g/cm ³	R 22, 36/37/38, 43 S 24, 26, 37	0.25 g	-
glicerol	C ₃ H ₈ O ₃	92,1 g/mol	1.262 g/cm ³	S 2, 7, 9	22.5 ml	-
Dihidrógeno fosfato de potasio	KH ₂ PO ₄	136.0838 g/mol	2.34 g/cm ³	R 37/39 S 26, 27	0.01098 g	50 ml
benceno	C ₆ H ₆	78.11 g/mol	0.8789 g/cm ³	R 23/24/25, 45/46 S 53/45	Mezclar volúmenes iguales de benceno y alcohol isobutílico	-
Alcohol isobutílico	C ₄ H ₁₀ O	74.12 g/mol	0.805 g/cm ³	R: 11, 36, 67 S: 2, 7, 16, 24/25, 26		
Alcohol metílico	CH ₄ O	32.04 g/mol	0.792 g/cm ³	R 11, 23/24/25, 39/23/24/25 S 1/2, 7, 16, 36/37, 45, 63	24.5 ml	-

9. Acciones previas

Si las formas de fósforo disueltas deben ser diferenciadas, filtrar la muestra inmediatamente después de la recolección. Preservar por congelación o por debajo de -10 ° C. En algunos casos se puede añadir 40 mg HgCl₂ / l.

Las muestras, sobre todo cuando van a ser almacenados por largos períodos antes de su análisis.

Manual de laboratorio

PRECAUCIÓN: HgCl_2 es una sustancia peligrosa, tomar las precauciones adecuadas en materia de eliminación, el uso de HgCl_2 no se anima. No agregue ácido o CHCl_3 como conservante en que las formas de fósforo están por determinar. Si el fósforo total solo se va a determinar, añadir H_2SO_4 o HCl a $\text{pH} < 2$ y enfriar a 4°C , o congelar sin adiciones. No guarde las muestras que contienen concentraciones bajas de fósforo en botellas de plástico a menos que se mantiene en un estado de congelación porque los fosfatos pueden ser adsorbidos sobre las paredes de las botellas de plástico.

Enjuague todos los recipientes de vidrio con HCl diluido caliente, luego enjuague varias veces en agua para reactivos. Nunca utilice detergentes comerciales que contienen fosfato para la cristalería utilizada en el análisis de fosfato de limpieza.

10. Procedimiento

10.1 Preparación de Reactivos:

a) Solución de ácido fuerte: Agregue lentamente 7.5 ml de H_2SO_4 concentrado a 15 ml de agua destilada. Una vez frío, añadir 0.1 ml (2 gotas) de HNO_3 conc. y diluir a 25 ml.

b) Reactivo molibdato amónico I: Disolver 0.625 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 4.375 ml de agua destilada. Cuidadosamente añadir 7 ml de H_2SO_4 concentrado a 10 ml de agua destilada. Enfriar, agregar solución de molibdato y diluir a 25 ml.

c) Reactivo de cloruro de estaño I: Disolver 0.25 g fresca $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 10 ml de glicerol. Calentar en un baño de agua y revuelva con una varilla de vidrio para acelerar la disolución. Este reactivo es estable y no requiere ni conservantes ni almacenamiento especial.

d) Solución de fosfato estándar: Disolver en agua destilada 0.01098 g de KH_2PO_4 anhidro y se diluye hasta 50 ml; 1,00 ml = 50,0 $\mu\text{g PO}_4^{3-} - \text{P}$. [50 ppm]

e) Los reactivos para la extracción:

1) solvente benceno-isobutanol: Mezclar volúmenes iguales de benceno y alcohol de isobutilo. (PRECAUCIÓN: este disolvente es altamente inflamable.)

2) reactivo de molibdato de amonio II: Disolver 1 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en aproximadamente 12.5 ml de agua destilada. Poco a poco agregue 9 ml de reactivo de molibdato de amonio I. Enfriar y diluir a 25 ml.

3) solución de ácido sulfúrico alcohólica: añadir con precaución 0.5 ml de H_2SO_4 concentrado a 24.5 ml de alcohol metílico con mezcla continua.

4) Diluir reactivo de cloruro de estaño II: Mezclar 2 ml de reactivo de cloruro de estaño I con 12.5 ml de glicerol. Este reactivo es estable durante al menos 6 meses.

10.2 Descripción del procedimiento.

a) Tratamiento preliminar de la muestra: Para 25 ml de muestra que no contenga más de 200 mg P y libres de color y turbiedad, añadir 0,05 ml (1 gota) indicador fenolftaleína. Si la muestra se vuelve rosa, añadir gota a gota solución de ácido fuerte para hacer desaparecer el color. Si se requiere más de 2 gotas, tome una muestra más pequeña y diluir a 25 ml con agua destilada después de la primera descarga del color de rosa con el ácido.

b) El desarrollo de color: Añadir, con una mezcla completa después de cada adición, 1 ml de reactivo de molibdato I y 3 gotas de cloruro de estaño reactivo I. Índice de

Manual de laboratorio

desarrollo de color y la intensidad del color depende de la temperatura de la solución final, cada 1 ° C de aumento produciendo alrededor de 1 % de aumento en el color. Por lo tanto, mantenga las muestras, estándares y reactivos dentro de 2 ° C el uno del otro y en el rango de temperatura entre 20 y 30 ° C.

c) Medición del color: Después de 10 minutos, pero antes de 12 min, utilizando el mismo intervalo de tiempo específico para todas las determinaciones, medir fotométricamente el color a 690 nm y comparar con una curva calibración, usando un blanco de agua destilada. Longitudes de trayectoria de luz adecuada para diferentes intervalos de concentración son los siguientes:

Tabla III-2: Longitudes de trayectoria de luz adecuada para diferentes intervalos de concentración

Rango Aproximado de P mg/l	Trayectoria de la Luz cm
0.3–2	0.5
0.1–1	2
0.007–0.2	10

Siempre prepare un blanco de reactivos y agua destilada. Debido a que el color se desarrolla a primero progresivamente y se desvanece después, mantener las mismas condiciones de tiempo para las muestras y estándares.

Preparar al menos un estándar con cada serie de muestras o una vez cada día que se realizan las pruebas. La curva de calibración puede desviarse de una línea recta a las concentraciones altas de entre 0,3 y 2,0 mg / l.

- Para el estándar de 10 mg /l: tomar 10 ml de la solución de 50 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.
- Para el estándar de 20 mg/l: tomar 5 ml de la solución de 50 mg/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.

d) Extracción: Cuando se desea aumento de la sensibilidad o interferencias debe ser superada, fosfato de extracto de la siguiente manera: Pipetear una muestra de 20 ml, o uno diluido a que el volumen, en un embudo separador de 125 ml. Añadir 25 ml de benceno - isobutanol disolvente y 7.5 ml de reactivo de molibdato II. Cerrar embudo a la vez y agitar vigorosamente durante exactamente 15 s. Si fosfato condensado está presente, cualquier retraso aumentará su conversión a ortofosfato. Quite el tapón y retirar 12.5 ml de la capa orgánica separada, utilizando una pipeta con una ampolla de seguridad. Pasar a un matraz aforado de 25 ml, agregar 7.5 a 8 ml de solución de H₂SO₄ alcohólica, remolino, añadir 0,25 ml (5 gotas) diluir estaño reactivo de cloruro II, remolino, y diluir hasta la marca con H₂SO₄ alcohólica. Mezclar bien. Después de 10 minutos, pero antes de 30 minutos, leer frente al blanco a 625 nm. Preparar blanco llevando a 20 ml de agua destilada a través del mismo procedimiento utilizado para la muestra. Leer la concentración de fosfato a partir de una curva de calibración preparada mediante la adopción de soluciones estándar de fosfato conocidas por el mismo procedimiento utilizado para las muestras

11. Cálculo y presentación de resultados

Tabla 111-3: Recolección de datos de práctica 111

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN
1		
2		
3		

Cálculo de la siguiente manera:

Procedimiento directo:

$$mg \frac{P}{l} = * \frac{mgP(\text{en aproximadamente } 104.5\text{ml de volumen final}) * 1000}{ml \text{ de muestra}}$$

Procedimiento de extracción:

$$mg \frac{P}{l} = * \frac{mgP(\text{en } 50\text{ml de volumen final}) * 1000}{ml \text{ de muestra}}$$

12. Alternativas de análisis

Otro método de análisis para fosfatos por medio colorimétrico es el Método colorimétrico Ácido vanado molibdofosfórico

13. Referencia.

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. (1992). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. (18th Edition). Washington.

Práctica I17.

“Determinación de Nitratos. Instrumento: Espectrofotómetro ultravioleta visible”

1. Introducción

El nitrato es una de las formas de nitrógeno de mayor interés en las aguas naturales, residuales y residuales tratadas, se presenta generalmente a nivel de trazas en el agua de superficie, pero puede alcanzar niveles elevados en las subterráneas.

El nitrato se encuentra sólo en pequeñas cantidades en las aguas residuales domésticas, pero en el diluyente de las plantas de tratamiento biológico desnitrificante, el nitrato puede encontrarse en concentraciones de hasta 30 mg de nitrato como N/l. El nitrato es un nutriente esencial para muchos autótrofos fotosintéticos, y en algunos casos ha sido identificado como el determinante del crecimiento de estos.

Una concentración alta de nitratos es indicio de una etapa mayor de mineralización de los compuestos nitrogenados. En las aguas de algunos pozos suele encontrarse cantidades apreciables de nitratos, lo que es objetable desde el punto de vista sanitario.

1.1 Usos de los nitratos

Los nitratos, compuestos de nitrógeno, fulminatos y azidas han sido los principales compuestos explosivos utilizados por separado o mezclados con combustibles y otros agentes.

También los nitratos se usan ampliamente como conservadores, aunque también sirven como aumentadores del sabor y colorantes. Se encuentran principalmente en alimentos procesados tales como hot dogs, mortadela y salami.

Los nitratos son parte esencial de muchas formulaciones de fertilizantes.

2. Objetivo

- Determinar la concentración de nitratos en muestras aguas.
- Utilizar el método de espectrofotometría ultravioleta

3. Alcance

Esta técnica es aplicable sólo a aguas que presenten un bajo contenido en materia orgánica (aguas potables y aguas naturales no contaminadas).

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principio

Los nitratos absorben la radiación ultravioleta a la longitud de onda de 220 nm. La materia orgánica también absorbe a 220 nm, por consiguiente es necesario realizar la corrección de la absorbancia midiendo a 275 nm donde los nitratos no absorben. La concentración de nitrato se determina mediante una curva de calibración.

5.1 Definiciones

Absorbancia: Cuando un haz de luz incide sobre un cuerpo traslúcido, una parte de esta luz es absorbida por el cuerpo, y el haz de luz restante atraviesa dicho cuerpo. A mayor cantidad de luz absorbida, mayor será la absorbancia del cuerpo, y menor cantidad de luz será transmitida por dicho cuerpo.

Blanco: Agua reactivo o matriz equivalente a la que no se le aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.

Dilución: Es el bajar la concentración de una solución, mediante la adición de más solvente.

Espectrofotometría de absorción ultravioleta-visible (UV/V): Se basa en la absorción de radiación por la materia en el rango de longitudes de onda comprendido entre el ultravioleta cercano y el infrarrojo cercano (180-1100 nm). Cuando una especie química absorbe radiación pasa a un estado excitado que posteriormente elimina ese exceso de energía en forma de calor.

Longitud de onda: Es una magnitud física que describe la distancia entre dos puntos consecutivos de una onda sinusoidal que poseen la misma fase.

Nitratos: Sales o ésteres del ácido nítrico HNO_3 .

Parámetro: Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua

Solución Stock: O solución madre es una solución concentrada que se diluye a alguna concentración inferior para el uso real. Las soluciones madre se utilizan para ahorrar tiempo de preparación, la conservación de materiales, reducir el espacio de almacenamiento, y mejorar la precisión con la que se preparan las soluciones de menor concentración de trabajo

6 Interferencias

La materia orgánica disuelta, los surfactantes, nitritos, Cromo (+6) presentan interferencias al método.

Los aniones clorito y clorato afectan la medida, aunque no es común que estén presentes en aguas naturales.

7 Equipos y materiales

- Espectrofotómetro con lámpara UV, a longitud de onda de 220 nm y 275 nm.
- 4 matraces aforados de 25 ml.
- 1 matraz aforado de 50 ml
- 1 pipeta volumétrica de 5 ml.
- Balanza analítica
- 1 Vidrio reloj
- 3 vasos de precipitado 50 ml
- Espátula

8 Reactivos y soluciones

Tabla I17-1: Reactivos a utilizar en práctica I17

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de solución
Agua destilada	H ₂ O	18,01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-	-	-
Nitrato de potasio	KNO ₃	101,1032 g/mol	sól	2.11 g/cm ³	R 8 S 16/41	0,01805 g	25ml
Cloroformo	CHCl ₃	119.39 g /mol	-	1.484 g/cm ³	R 22, 38, 40, 48/20/22 S 2, 36/37	0.15 ml	-

Tabla I17-1: Soluciones a utilizar en práctica I17

Solución	Concentración	Cantidad
Solución stock de nitrato de potasio	100 mg NO ₃ -N/l	25 ml
Solución intermedia de nitrato de potasio	10 mg NO ₃ -N/l	50 ml
Soluciones estándar	2, 5 y 7 mg NO ₃ -N/l	25 ml c/u

9 Acciones previas

Recolectar la muestra en envases de vidrio de un volumen mínimo de 200 ml, sin cámara de aire y cerrar herméticamente.

Manual de laboratorio

Analizar tan pronto como sea posible. Si no es posible analizar antes de 24 h de recolectada la muestra ajustar a pH < 2 con ácido clorhídrico o sulfúrico y refrigerar a 4°C.

NOTA: si la muestra se preserva con ácido no se pueden determinar nitratos y nitritos como especies individuales.

10 Preparación de reactivos

a) Solución stock de nitrato de potasio, 100 mg NO₃⁻N/l: secar el nitrato de potasio a 105°C durante 24 horas. Disolver 0.01805 g en agua destilada. Agregar 0.05 ml (1 gota) de cloroformo para preservar la solución y diluir a 25 ml en matraz aforado. Esta solución es estable por seis meses.

b) Solución intermedia de nitrato de potasio, 10 mg NO₃⁻N/l: tomar 5 ml de la solución stock y agregar 0.1 ml (2 gotas) de cloroformo y diluir a 50 ml en matraz aforado. Esta solución es estable por seis meses.

10.1 Descripción del procedimiento

10.1.1 Curva de calibración

a) Preparar soluciones estándares de nitrato en un rango entre 0 y 7 mg N/l por dilución de la solución intermedia de nitrato (10).

- Para el estándar de 2 mg NO₃⁻N/l: tomar 5 ml de la solución de 10 mg NO₃⁻N/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.

- Para el estándar de 5 mg NO₃⁻N/l: tomar 12.5 ml de la solución de 10 mg NO₃⁻N/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.

- Para el estándar de 7 mg NO₃⁻N/l: tomar 17.5 ml de la solución de 10 mg NO₃⁻N/l y diluir a 25 ml en matraz aforado.

b) Medir la absorbancia de los estándares a 220 y 275 nm contra un blanco de agua destilada.

c) Graficar Absorbancia corregida vs concentración de nitrato. Verificar la curva periódicamente.

10.1.2 Determinación:

La muestra debe ser clara, si es necesario filtrarla. Medir la absorbancia de la muestra a 220 y 275 nm contra un blanco de agua.

11 Cálculos y expresión de los resultados

Tabla I17-3: Recolección de datos de práctica I17

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN
1		
2		
3		

Manual de laboratorio

La absorbancia corregida se calcula como:

$$\text{Abs. nitratos} = (\text{Abs}_{220} - \text{Abs}_{275})$$

Si el valor corregido es mayor al 10 % de la lectura realizada a 220 nm, este método no debe ser aplicado.

La concentración de nitratos se obtiene con la curva de calibración y el valor de absorbancia corregido.

Los resultados se expresan como mg/L de nitrato como nitrógeno (mg NO₃-N /l).

12 Referencia.

- AMERICAN PUPLIC HEALTH ASSOCIATION. (1992). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. (18th Edition). Washington.

Práctica I18

“Determinación de sulfuro. Método Potenciométrico”

1. INTRODUCCION.

Los sulfuros se encuentran a menudo en el agua subterránea, especialmente en manantiales calientes. Su presencia común en las aguas residuales se debe en parte a la descomposición de la materia orgánica, presente a veces en los residuos industriales, pero procedente casi siempre de la reducción bacteriana de los sulfatos.

La concentración umbral para H_2S en agua limpia está comprendida entre 0.025 y 0.25 mg/l. El H_2S ataca directa e indirectamente a los metales y ha producido corrosiones graves en las conducciones de cemento por oxidarse biológicamente a H_2SO_4 en las paredes de las tuberías.

2. OBJETIVOS

Esta normativa técnica se utiliza para determinación de sulfuro en efluentes industriales, en concentraciones superiores a 10 mg/l

3. ALCANCE

Este método es útil tanto para la estandarización de los patrones de sulfuro, como para efectuar valoraciones directamente en muestras de agua.

4. RESPONSABILIDADES

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. PRINCIPIOS DEL METODO.

Se basa en la valoración del S^{-2} de mediante oxidación con yodo que lo transforma en azufre elemental. Este método es útil tanto para la estandarización de los patrones de sulfuro, como para efectuar valoraciones directamente en muestras de agua.

6. INTERFERENCIAS.

No debe existir presencia de mercurio en agua ya que el sulfuro de mercurio es muy insoluble en agua.

7. MATERIAL Y EQUIPO

- Electrodo indicador de plata/sulfuro.
- Electrodo de referencia plata/cloruro de plata.
- Medidor de voltaje en mV.
- Agitador magnético.
- Vaso de precipitado de 150 ml.

Manual de laboratorio

- Bureta de 10 ml.
- Matraz aforado de 100-1000 ml.
- Pipetas aforadas de 50 ml.
- Balanza analítica de precisión 1 mg

8. REACTIVOS Y SOLUCIONES

Tabla I18-1: Reactivos a utilizar en práctica I18

Nombre	Fórmula	PM	Densidad	Frases R y S	Cantidad	Volumen de disolución
Hidróxido de sodio	NaOH	39.997g/mol	2.100 g/cm ³	R35 S1/2 S37/39 S45 S50 S37/7/8/9 S18, S 24/25 S27	20 g	50 ml
Ácido Ascórbico	C ₆ H ₈ O ₆	176.12 g/mol	1.650 g/cm ³	R36 R37 S28 S37/39	1.75 g	50 ml
EDTA	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈	292. 24 g/mol	----	R36-52/53 S61	3.35 g	50 ml
Perclorato de plomo	Pb(ClO ₄) ₂	---	----	R9	40.610 g	2.03 g
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³	----	3 l	

9. ACCIONES PREVIAS:

- Los resultados más reales son obtenidos de muestras frescas. Si las muestras van a ser analizadas durante las 24 horas de su obtención, hay que refrigerar sin acidificar a 4° C.
- Para la preservación de las muestras por más de 28 días hay que congelarlas a -20°C, o conservar las muestras acidificando a pH<2 y almacenar a 4°C.
- Si se conservan las muestras con ácido, se deben neutralizar con una base fuerte antes de realizar la determinación.
- **ADVERTENCIA:** aunque la acidificación es conveniente para algunos tipos de muestras, esta produce interferencias cuando el amonio está presente en sólidos sin filtrar.

10. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO:

10.1 PREPARACIÓN DE REACTIVOS

a) Agua destilada y desaireada:

El agua debe ser destilada y desaireada para evitar posibles oxidaciones del ion sulfuro. Para desairear calentar a ebullición durante 15 minutos y luego mantenerla en un recipiente tapado.

b) Hidróxido de sodio 10 M:

Disolver 20 g de NaOH en 50 ml de agua destilada.

c) Buffer antioxidante de sulfuro (SAOB II):

A 30 ml de agua destilada y desaireada agregar 10 ml de NaOH 10 M, 1.75 g de ácido ascórbico (ppa) y 3.35 g de EDTA disódica (ppa), agitar para disolver y llevar a 50 ml con agua destilada. Esta solución será incolora o poseerá un leve color amarillo pálido-pardo, descartar cuando se torna marrón oscuro. Guardar en frasco hermético para evitar oxidaciones.

d) Solución estándar I de perclorato de plomo $Pb(ClO_4)_2$ 0,100 M:

Disolver 2.03 g de perclorato de plomo (ppa) en agua y llevar a 50 ml en matraz aforado.

e) Solución estándar II de perclorato de plomo 0.010 M:

Diluir 10 veces la solución estándar I de perclorato de plomo.

10.2 Determinación

a) Tomar con pipeta aforada 25 ml de muestra a titular en un vaso de precipitado de 150 ml. Colocar el electrodo indicador y el de referencia en el vaso.

b) Agitar durante la valoración.

c) Agregar el titulante (*) en incrementos de 0.5-1.0 ml. Medir el voltaje. Cuando el cambio en el potencial por incremento comienza a aumentar pasar a agregar el perclorato de plomo en incrementos de 0.1-0.2 ml y continuar hasta 1.0 ml después del punto final.

d) El punto final de la valoración es cuando se observa un salto de potencial entre 40 - 100 mV. Anotar el gasto en ml, de perclorato de plomo correspondiente a ese punto final, G.

11. CALCULOS Y EXPRESION DE RESULTADOS

Tabla 118-3: Recolección de datos de práctica 118

Muestra	Volumen gastado (ml)
1	
2	
3	
PROMEDIO	

Manual de laboratorio

La concentración de sulfuro en la muestra corresponde a:

$$S^{-2}, \frac{mg}{l} = \frac{M * G * 32060}{V}$$

M = molaridad de la solución de perclorato de plomo titulante en mol/l

G = gasto de titulante en ml

V = volumen de muestra tomado para la determinación en ml

12. REFERENCIAS:

- ORION RESEARCH INCORPORATED. Instruction Manual sulphide ion electrode, silver ion electrode. 1980.

Práctica I20.

“Determinación de Bromo. Método Colorimétrico. Instrumento: Multiparámetro Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Especifico Multiparámetro”

1. Introducción

El bromo es un elemento que se da en la naturaleza y que puede encontrarse en muchas sustancias inorgánicas. Los humanos, sin embargo, empezaron hace muchos años a introducir bromuros orgánicos en el medio ambiente. Estos son todos ellos compuestos que no son naturales y pueden causar graves daños a la salud humana y el medio ambiente.

Los humanos podemos absorber bromuros orgánicos a través de la piel, con la comida y durante la respiración. Los bromuros orgánicos son ampliamente usados como sprays para matar insectos y otras plagas no deseadas. Pero no solo son venenosas para los animales contra los que son usados, sino también para los animales más grandes. En muchos casos también son venenosos para los humanos.

Los efectos sobre la salud más importantes que pueden ser causados por contaminantes orgánicos que contienen bromuros son disfunciones del sistema nervioso y alteraciones del material genético. Pero los bromuros orgánicos pueden también dañar ciertos órganos como el hígado, riñones, pulmones y testículos y puede causar disfunciones estomacales y gastrointestinales.

2. Objetivo

Determinar el valor de bromo de una muestra de agua como parámetro de su calidad.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de bromo de una muestra de agua a una temperatura dada por medio de instrumentos o aparatos que facilitan la obtención de su valor exacto.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de bromo para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del Método

5.1 Principio del Método Colorimétrico

El color de todos los objetos que vemos está determinado por un proceso de absorción y emisión de la radiación electromagnética (luz) de sus moléculas.

Manual de laboratorio

El análisis colorimétrico está basado en principio de que componentes específicos reaccionan con otros para formar un color, la intensidad del cual es proporcional a la concentración de la sustancia a medir.

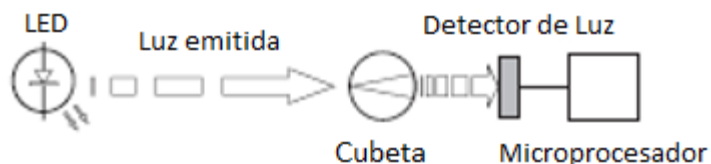


Figura I20-1: Principio colorimétrico del Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102

Cuando una sustancia es expuesta a un haz de luz de intensidad I_0 , una parte de la radiación es absorbida por las moléculas de la sustancia y se emite una radiación de intensidad I , menor que I_0 . La cantidad de radiación absorbida se obtiene por la ley de Lambert-Beer:

$$\log \frac{I_0}{I} = \epsilon_{\lambda} c d$$

Donde

- $\log I_0/I$ = Absorbancia (A)
- ϵ_{λ} = coeficiente de extinción molar de la sustancia a la longitud de onda λ
- c = concentración molar de la sustancia
- d = distancia óptica de la luz a través de la muestra

Dado que los otros factores son conocidos, la concentración "c" puede calcularse a partir de la intensidad de color de la sustancia determinada por la radiación emitida I .

Un LED (Diodo Emisor de Luz) emite una radiación en un espectro relativamente estrecho, suministrando al sistema una intensidad I_0 .

Una sustancia absorbe el color complementario a aquel que emite. Por ejemplo, a sustancia aparece como amarilla debido a que absorbe luz azul. Debido a esto, los medidores Hanna utilizan LED que emiten la longitud de onda apropiada para medir la muestra. La distancia óptica (d) está determinada por el diámetro interno de la cubeta que contiene la muestra.

La célula fotoeléctrica recoge la radiación I que no ha sido absorbida por la muestra y la convierte en una corriente eléctrica.

El microprocesador convierte el valor en las unidades de medida deseadas y las visualiza en el display.

El proceso de medida se realiza en dos fases: puesta a cero del medidor y medida real.

Manual de laboratorio

La cubeta tiene una gran importancia en el proceso de medida debido a que se trata de un elemento óptico. Tanto las cubetas de medida como las de calibración deben ser ópticamente idénticas para proporcionar las mismas condiciones de medida.

Es también importante que la superficie de la cubeta esté limpia y libre de rayas o muescas con objeto de evitar interferencias en la medida debidas a reflexiones y absorciones de luz no deseadas. Es recomendable siempre que sea posible, no tocar las paredes de la cubeta con las manos.

Además, a fin de mantener las mismas condiciones durante las fases de puesta a cero y medida, es necesario cerrar la cubeta para evitar cualquier tipo de contaminación.

5.2 Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro

Hanna es un turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro portátil y microprocesador. Mide Cloro Libre y Total, Ácido Cianúrico, pH, Yodo, Bromo, Hierro rango bajo y Turbidez.

En el modo colorimétrico, el usuario puede seleccionar las calibraciones preprogramadas en fábrica o calibrar el medidor utilizando valores de calibración personalizados basados en la concentración o absorbancia relativa de la muestra. Los datos de calibración se almacenan en una EEPROM no volátil.

6 Interferencias

Las principales interferencias que pueden aparecer con esta técnica se deben a la presencia de ozonos, peróxidos o pH extremos.

7 Material y equipo.

- Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro
- Beaker de 100 ml para descartes
- Beaker de 50 ml para muestras
- Papel toalla
- Pizeta
- Agua muestra.
- HI 93716-01 Reactivos para 100 análisis de Bromo.

8 Reactivos y soluciones.

Tabla I20-1: Reactivos a utilizar en práctica I20

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³	-	100 ml
HI 93716-01	-	-	-	-	1 sobre

9. Acciones previas

Es responsabilidad del investigador revisar las condiciones del equipo a utilizar antes de poner en marcha, se debe verificar que las cubetas se encuentren en perfecto estado, sin ralladuras y que se cuente con las soluciones para realizar dicha prueba.

10. Descripción de procedimiento

10.1 Calibración del instrumento

En cada caso seguir las instrucciones del fabricante para el medidor de bromo y para el almacenamiento y preparación de los viales para su uso. (Ver Manual Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro, Sección II “Calibración colorimétrica”)

10.2 Procedimiento general.

- Luego de llevada a cabo la etapa de calibración, lavar la cubeta con agua destilada.
- Colocar la muestra en la cubeta y añadir el contenido de sus respectivos paquetes, (descritos en los reactivos y materiales, sección 7)
- Coloque la tapa, sacuda la cubeta y espere unos segundos para que el color se desarrolle. Para obtener unos mejores resultados espere 2 ½ minutos.
- Introduzca la cubeta en el equipo y presione la tecla READ y esperar a que la lectura se estabilice.
- Anotar los resultados.

11 Cálculos y Expresión de Resultados

El valor de bromo se lee directamente del equipo. Es importante indicar siempre la temperatura a la cual fue medido el valor de turbidez de una muestra. (Ver Anexo 5, Medición de bromo por colorimetría).

12 Precisión y sesgo

El Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro, tiene un rango de detección de 0.00 a 8.00 mg/l, y una precisión de 0,08 mg/l; $\pm 3\%$.

13 Referencias

- Hanna Instruments, Manual de instrucción C102 Turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro, Italia.

Práctica I21.

“Determinación de Cloro Libre y Cloro Total. Método Colorimétrico. Instrumento: Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102”

1. Introducción

El cloro es un químico importante para la purificación del agua (como en plantas de tratamiento de agua), en desinfectantes, y en la lejía. El cloro en agua es más de tres veces más efectivo como agente desinfectante contra *Escherichia coli* que una concentración equivalente de bromo, y más de seis veces más efectiva que una concentración equivalente de yodo.

El cloro como antiséptico fue introducido en 1835 por Holmes y 1847 Semmelweis. El cloro se emplea como desinfectante en mobiliarios, equipos, instrumental y áreas hospitalarias. El cloro suele ser usado en la forma de ácido hipocloroso para eliminar bacterias, hongos, parásitos y virus en los suministros de agua potable y piscinas públicas. En la mayoría de piscinas privadas, el cloro en sí no se usa, sino hipoclorito de sodio, formado a partir de cloro e hidróxido de sodio, o tabletas sólidas de isocianuratos clorados. Incluso los pequeños suministros de agua son clorados rutinariamente ahora.

2. Objetivo

Determinar el valor de cloro de una muestra de agua como parámetro de su calidad.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de cloro de una muestra de agua a una temperatura dada por medio de instrumentos o aparatos que facilitan la obtención de su valor exacto.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de cloro para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del Método

5.1 Principio del Método Colorimétrico

El color de todos los objetos que vemos está determinado por un proceso de absorción y emisión de la radiación electromagnética (luz) de sus moléculas.

Manual de laboratorio

El análisis colorimétrico está basado en principio de que componentes específicos reaccionan con otros para formar un color, la intensidad del cual es proporcional a la concentración de la sustancia a medir.

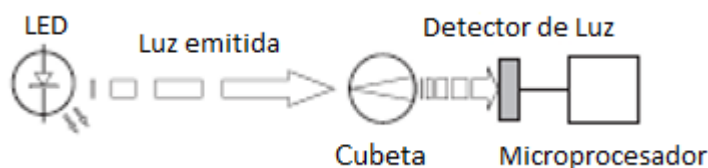


Figura I20-1: Principio colorimétrico del Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102

Cuando una sustancia es expuesta a un haz de luz de intensidad I_0 , una parte de la radiación es absorbida por las moléculas de la sustancia y se emite una radiación de intensidad I , menor que I_0 . La cantidad de radiación absorbida se obtiene por la ley de Lambert-Beer:

$$\log \frac{I_0}{I} = \epsilon_{\lambda} c d$$

Donde

- $\log I_0/I$ = Absorbancia (A)
- ϵ_{λ} = coeficiente de extinción molar de la sustancia a la longitud de onda λ
- c = concentración molar de la sustancia
- d = distancia óptica de la luz a través de la muestra

Dado que los otros factores son conocidos, la concentración "c" puede calcularse a partir de la intensidad de color de la sustancia determinada por la radiación emitida I .

Un LED (Diodo Emisor de Luz) emite una radiación en un espectro relativamente estrecho, suministrando al sistema una intensidad I_0 .

Una sustancia absorbe el color complementario a aquel que emite. Por ejemplo, a sustancia aparece como amarilla debido a que absorbe luz azul. Debido a esto, los medidores Hanna utilizan LED que emiten la longitud de onda apropiada para medir la muestra. La distancia óptica (d) está determinada por el diámetro interno de la cubeta que contiene la muestra.

La célula fotoeléctrica recoge la radiación I que no ha sido absorbida por la muestra y la convierte en una corriente eléctrica.

El microprocesador convierte el valor en las unidades de medida deseadas y las visualiza en el display.

El proceso de medida se realiza en dos fases: puesta a cero del medidor y medida real.

La cubeta tiene una gran importancia en el proceso de medida debido a que se trata de un elemento óptico. Tanto las cubetas de medida como las de calibración deben ser ópticamente idénticas para proporcionar las mismas condiciones de medida.

Es también importante que la superficie de la cubeta esté limpia y libre de rayas o muescas con objeto de evitar interferencias en la medida debidas a reflexiones y absorciones de luz no deseadas. Es recomendable siempre que sea posible, no tocar las paredes de la cubeta con las manos.

Además, a fin de mantener las mismas condiciones durante las fases de puesta a cero y medida, es necesario cerrar la cubeta para evitar cualquier tipo de contaminación.

5.2 Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro.

Hanna es un turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro portátil y microprocesador. Mide Cloro Libre y Total, Ácido Cianúrico, pH, Yodo, Bromo, Hierro rango bajo y Turbidez.

En el modo colorimétrico, el usuario puede seleccionar las calibraciones preprogramadas en fábrica o calibrar el medidor utilizando valores de calibración personalizados basados en la concentración o absorbancia relativa de la muestra. Los datos de calibración se almacenan en una EEPROM no volátil.

En el modo turbidez, es aconsejable recalibrar el medidor periódicamente con soluciones primarias según los requerimientos normativos o la experiencia del personal. Los rangos de turbidez son 0,00-9,99 NTU y 10,0-50,0 NTU.

6. Interferencias

Las principales interferencias que pueden aparecer con esta técnica se deben a la presencia de manganeso oxidado, cobre (controlado por el EDTA hasta una concentración de 10 mg/l), halógenos libres (que pueden reaccionar con el DPD e interpretarse como CRL) y, como todas las pruebas basadas en cambios de coloración, la presencia de color, turbidez y elevadas concentraciones de materia orgánica en el agua problema.

7. Material y equipo.

- Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro.
- Beaker de 100 ml para descartes
- Beaker de 50 ml para muestras
- Papel toalla
- Pizeta
- Agua muestra.
- HI 93701-01 Reactivos para 100 análisis de Cloro Libre

Manual de laboratorio

- HI 93711-01 Reactivos para 100 análisis de Cloro Total

8. Reactivos y soluciones.

Tabla I21-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica I21

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Densidad (20°C)	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³	100 ml
HI 93701-01	-	-	-	1 sobre
HI 93711-01	-	-	-	1 Sobre

9. Acciones previas

Es responsabilidad del investigador revisar las condiciones del equipo a utilizar antes de poner en marcha, se debe verificar que las cubetas se encuentren en perfecto estado, sin ralladuras y que se cuente con las soluciones para realizar dicha prueba.

10. Descripción de procedimiento

10.1 Calibración del equipo.

En cada caso seguir las instrucciones del fabricante para el medidor de cloro y para el almacenamiento y preparación de los viales para su uso.

10.2 Procedimiento general.

- Luego de llevada a cabo la etapa de calibración, lavar la cubeta con agua destilada.
- Colocar la muestra en la cubeta y añadir el contenido de sus respectivos paquetes, (descritos en los reactivos y materiales, sección 7)
- Coloque la tapa, sacuda la cubeta y espere unos segundos para que el color se desarrolle. Para obtener unos mejores resultados espere 2 ½ minutos.
- Presionar la tecla READ y esperar a que la lectura se estabilice.
- Anotar los resultados.

11. Cálculos y Expresión de Resultados

El valor de cloro se lee directamente del equipo. Es importante indicar siempre la temperatura a la cual fue medido el valor de turbidez de una muestra.

12. Precisión y sesgo

El Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro, tiene un rango de detección de 0.00 a 2.5 mg/l, para cloro libre y de 0.00 a 3.5 mg/l para cloro total con una precisión de $\pm 0,03$ mg/l; $\pm 3\%$ para cloro libre y de $\pm 0,03$ mg/l; $\pm 3\%$ para cloro total

13. Alternativas de medición.

- Determinación titulométrica de cloruros.

14. Referencias

- Hanna Instruments, Manual de instrucción C102 Turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro, Italia.

Práctica I22.

“Determinación de Yodo. Método Colorimétrico. Instrumento: Multiparámetro Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro”

1 Introducción

El yodo es un importante micronutriente necesario para la nutrición humana. Su deficiencia conduce a un amplio espectro de problemas colectivamente llamados desórdenes por deficiencia de yodo (DDY). Las mayores manifestaciones son el retardo mental, cretinismo, sordomudez, abortos y bocio. Esta carencia también afecta el desarrollo socioeconómico de los países. La industrialización y el desarrollo económico mejoran el yodo en la dieta, permitiendo el consumo de alimentos producidos en ambientes diferentes al local.

La concentración de yodo en el agua refleja su distribución ambiental, y es además un importante índice de la ingesta natural en el hombre y un índice indirecto de contaminación en el entorno. Aunque el contenido de yodo en las aguas nos puede dar una orientación general sobre la situación del yodo en un lugar, el bocio endémico todavía puede prevalecer en áreas con alta cantidad de yodo en el agua.

2. Objetivo

Determinar el valor de yodo de una muestra de agua como parámetro de su calidad.

3. Alcance

Este método de ensayo establece la metodología para obtener el valor de yodo de una muestra de agua a una temperatura dada por medio de instrumentos o aparatos que facilitan la obtención de su valor exacto.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del usuario del equipo de laboratorio calibrar el equipo medidor de yodo para generar datos confiables durante las mediciones.

5. Principio del Método

5.1 Principio del Método Colorimétrico

El color de todos los objetos que vemos está determinado por un proceso de absorción y emisión de la radiación electromagnética (luz) de sus moléculas.

El análisis colorimétrico está basado en principio de que componentes específicos reaccionan con otros para formar un color, la intensidad del cual es proporcional a la concentración de la sustancia a medir.

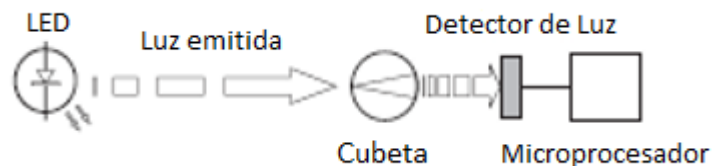


Figura I22-1: Principio colorimétrico del Medidor de Ion Específico Multiparámetro Hanna Instruments C102

Cuando una sustancia es expuesta a un haz de luz de intensidad I_0 , una parte de la radiación es absorbida por las moléculas de la sustancia y se emite una radiación de intensidad I , menor que I_0 . La cantidad de radiación absorbida se obtiene por la ley de Lambert-Beer:

$$\log \frac{I_0}{I} = \epsilon_{\lambda} c d$$

Donde

- $\log I_0/I$ = Absorbancia (A)
- ϵ_{λ} = coeficiente de extinción molar de la sustancia a la longitud de onda λ
- c = concentración molar de la sustancia
- d = distancia óptica de la luz a través de la muestra

Dado que los otros factores son conocidos, la concentración "c" puede calcularse a partir de la intensidad de color de la sustancia determinada por la radiación emitida I .

Un LED (Diodo Emisor de Luz) emite una radiación en un espectro relativamente estrecho, suministrando al sistema una intensidad I_0 .

Una sustancia absorbe el color complementario a aquel que emite. Por ejemplo, a sustancia aparece como amarilla debido a que absorbe luz azul. Debido a esto, los medidores Hanna utilizan LED que emiten la longitud de onda apropiada para medir la muestra. La distancia óptica (d) está determinada por el diámetro interno de la cubeta que contiene la muestra.

La célula fotoeléctrica recoge la radiación I que no ha sido absorbida por la muestra y la convierte en una corriente eléctrica.

El microprocesador convierte el valor en las unidades de medida deseadas y las visualiza en el display.

El proceso de medida se realiza en dos fases: puesta a cero del medidor y medida real.

La cubeta tiene una gran importancia en el proceso de medida debido a que se trata de un elemento óptico. Tanto las cubetas de medida como las de calibración deben ser ópticamente idénticas para proporcionar las mismas condiciones de medida.

Es también importante que la superficie de la cubeta esté limpia y libre de rayas o muescas con objeto de evitar interferencias en la medida debidas a reflexiones y

Manual de laboratorio

absorciones de luz no deseadas. Es recomendable siempre que sea posible, no tocar las paredes de la cubeta con las manos.

Además, a fin de mantener las mismas condiciones durante las fases de puesta a cero y medida, es necesario cerrar la cubeta para evitar cualquier tipo de contaminación.

5.2 Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro

Hanna es un turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro portátil y microprocesador. Mide Cloro Libre y Total, Ácido Cianúrico, pH, Yodo, Bromo, Hierro rango bajo y Turbidez.

En el modo colorimétrico, el usuario puede seleccionar las calibraciones preprogramadas en fábrica o calibrar el medidor utilizando valores de calibración personalizados basados en la concentración o absorbancia relativa de la muestra. Los datos de calibración se almacenan en una EEPROM no volátil.

En el modo turbidez, es aconsejable recalibrar el medidor periódicamente con soluciones primarias según los requerimientos normativos o la experiencia del personal. Los rangos de turbidez son 0,00-9,99 NTU y 10,0-50,0 NTU.

6 Interferencias

Las principales interferencias que pueden aparecer con esta técnica se deben a la presencia de ozonos, peróxidos o pH extremos.

7 Material y equipo.

- Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro
- Beaker de 100 ml para descartes
- Beaker de 50 ml para muestras
- Papel toalla
- Pizeta
- Agua muestra.
- HI 93718-01 Reactivos para 100 análisis de Yodo.

8 Reactivos y soluciones.

Tabla I22-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica I22

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³	-	100 ml
HI 93718-01	-	-	-	-	1 sobre

9 Acciones previas

Es responsabilidad del investigador revisar las condiciones del equipo a utilizar antes de poner en marcha, se debe verificar que las cubetas se encuentren en perfecto estado, sin ralladuras y que se cuente con las soluciones para realizar dicha prueba.

10 Descripción de procedimiento

10.1 Calibración del equipo.

En cada caso seguir las instrucciones del fabricante para el medidor de yodo y para el almacenamiento y preparación de los viales para su uso.

10.2 Procedimiento general.

- Luego de llevada a cabo la etapa de calibración, lavar la cubeta con agua destilada.
- Colocar la muestra en la cubeta y añadir el contenido de sus respectivos paquetes, (descritos en los reactivos y materiales, sección 7)
- Coloque la tapa, sacuda la cubeta y espere unos segundos para que el color se desarrolle. Para obtener unos mejores resultados espere 2 ½ minutos.
- Presionar la tecla READ y esperar a que la lectura se estabilice.
- Anotar los resultados.

11 Cálculos y Expresión de Resultados

El valor de yodo se lee directamente del equipo. Es importante indicar siempre la temperatura a la cual fue medido el valor de turbidez de una muestra.

12 Precisión y sesgo

El Hanna Instruments C102. Turbidímetro y Medidor de Ion Específico Multiparámetro, tiene un rango de detección de 0.00 a 12.50 mg/l, y una precisión de 0.1 mg/l; $\pm 5\%$.

13 Referencias

- Hanna Instruments, Manual de instrucción C102 Turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro, Italia.

Práctica I23.

“Determinación de Amoníaco. Instrumento: Espectrofotómetro UV Visible”

1. Introducción.

El amoníaco, junto con los nitritos y nitratos, es el típico indicador de contaminación del agua. La presencia de amoníaco indica una degradación incompleta de la materia orgánica.

Algunas aguas, como las de terrenos pantanosos, que contienen turbas, presentan elevado contenido de amoníaco de origen vegetal, y las aguas meteóricas que presentan contenidos de amoníaco entre 0,1 y 2 mg/l.

En algunos casos, el amoníaco puede provenir de la reducción de nitritos por acción bacteriana.

El amoníaco, junto con el cloro, se usa en algunas plantas potabilizadoras de agua para la desinfección del agua.

El contenido en amoníaco, materia orgánica, nitritos y bacterias indicadoras de contaminación fecal son los mejores indicadores de la calidad de un agua.

2. Objetivos

- Determinar los niveles de Nitrógeno amoniacal (NH_3) en muestras de líquidas y sólidas.
- Aplicar el método colorimétrico para llevar a cabo la determinación.

3. Alcance

El método del fenato para amonio es aplicable para el análisis de muestras de aguas (potable, naturales), así como también muestras de suelos y desechos orgánicos. Además este método solo se utiliza cuando no hay interferencias iónicas.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principios del método.

5.1 Definición de Colorimetría

Las técnicas colorimétricas se basan en la medida de la absorción de radiación en la zona visible por sustancias coloreadas. En algunas ocasiones, la muestra que deseamos

determinar no posee color por si misma; en tal caso, es preciso llevar un desarrollo de color empleando reactivos que den lugar a sustancias coloreadas con la muestra que interesa estudiar.

La colorimetría y fotocolorimetría no son en realidad técnicas distintas y la diferencia estriba en el tipo de instrumento empleado, de forma que se denomina colorímetro a aquellos aparatos en los que la longitud de onda con la que se trabaja se selecciona por medio de filtros ópticos; en los fotocolorimétricos o espectrofotómetros la longitud de onda se selecciona mediante dispositivos monocromadores.

El colorímetro es un instrumento muy simple que compara, usando el ojo humano como detector, el color de la sustancia problema con el de una disolución patrón. (El nombre de colorímetro suele aplicarse en la práctica a cualquier instrumento apropiado para medir en la región visible, y, en realidad, así se conocen muchos fotómetros de filtro comerciales).

5.2 Método

La reacción del amonio, hipoclorito de sodio y fenol, catalizada por nitro prusiato de sodio, forma un compuesto intensamente azul llamado indofenol.

La absorción de luz producida por la suspensión del amonio se mide con un espectrofotómetro y la concentración de amonio es determinada por comparación con la lectura realizada en una curva estándar.

6. Interferencias.

Acomplejando el magnesio y el calcio con citrato se elimina interferencias producidas por la precipitación de estos iones a un pH alto. No existen interferencias de otra forma trivalente del Nitrógeno. Si existe sulfuro de hidrógeno (H_2S) presente se remueve acidificando simplemente con HCl diluido a pH= 3 agitando vigorosamente hasta que el olor no se detecte.

7. Equipo

- Espectrofotómetro uv- visible: se utiliza una longitud de onda de 640 nm con un haz de luz de 1 cm de recorrido.
- matraces aforado de 50 ml
- 5 matraces aforados de 25 ml
- Balanza analítica
- Vidrio reloj
- Gotero
- Probeta 25 ml
- Un aparato de filtración
- Papel de filtro
- vasos de precipitados 50 ml

Manual de laboratorio

- Espátula
- Pipeta graduada de 5 y 10 ml

8. Reactivos y soluciones

Tabla I23-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica I23

Nombre	Concentración	Fórmula	PM	Densidad	Frases R y S	Cantidad	Volumen de dilución
Alcohol etílico	95% v/v	CH ₃ CH ₂ OH	46.07 g/mol	789 kg/m ³	R11 R61 S2 S7 S16	25 ml	-
Amonio sol. Stock	1000 ppm	CH ₄ Cl.2H ₂ O	----	-----	----	----	-
Amonio sol. Est.	100 ppm	CH ₄ Cl.2H ₂ O	-----	-----	-----	---	-
Citrato trisódico	Sól.	C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇	258.06 g/mol	1.70 g/cm ³	R 60 R 61	10 g	50 ml
Citrato alcalino	-	C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇	----	----	-----	25 ml	-
Cloruro de amonio	Sól.	CH ₄ Cl.H ₂ O	53.49 g/mol	1.527 kg/m ³	R22 R36 S22	0.19095 g	50 ml
Fenol liquido	89% m/v	C ₆ H ₅ OH	94.11 g/mol	1.06 kg/m ³	R: 23/24/25- 34-48 / 20 /21/22-68 S: (1/2-) 24/25-26- 28-36 / 37 /39-45	2.775 ml	25 ml
Solución de fenol	0.11% m/v	C ₆ H ₅ OH + CH ₃ CH ₂ OH	---	----	----	--	-
Hidróxido de sodio	-	NaOH	39.997g/mol	2100 kg/m ³	R35 S1/2 S37/39 S45 S50 S37/7/8/9 S18, S 24/25 S27	0.5 g	50 ml

Manual de laboratorio

Continuación Tabla I23-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica I23

Nombre	Concentración	Fórmula	PM	Densidad	Frases R y S	Cantidad	Volumen de dilución
Hipoclorito de sodio	5% m/v	NaClO	74.44 g/mol	1110 kg/m ³	R31 R34 R50 S1/2 S28 S45 S50 S61	25 ml	50 ml
Nitro prusiato de sodio	0.5% m/v	-	----	-----	----	0.25 g	50 ml
Agua destilada	----	H ₂ O	18.01528 g/mol	1000 kg/cm ³	-----	1 l	-

9. Acciones previas:

- Los resultados más reales son obtenidos de muestras frescas. Si las muestras van a ser analizadas durante las 24 horas de su obtención, hay que refrigerar sin acidificar a 4° C.
- Para la preservación de las muestras por más de 28 días hay que congelarlas a -20° C, o conservar las muestras acidificando a pH<2 y almacenar a 4° C.
- Si se conservan las muestras con ácido, se deben neutralizar con una base fuerte antes de realizar la determinación.

ADVERTENCIA: aunque la acidificación es conveniente para algunos tipos de muestras, esta produce interferencias cuando el amonio está presente en sólidos sin filtrar.

10. Descripción de Procedimiento

10.1 PREPARACIÓN DE REACTIVOS

a) Solución stock de amonio

Disolver 0.19095 g de cloruro de amonio anhidro (seco a 100° C) en agua y diluir a 50 ml. [1.00ml = 1.00 mg N = 1.22 mg NH₃]

b) Solución estándar de amonio

Usar la solución stock de amonio y agua para preparar una curva de calibración en el rango apropiado de concentración de la muestra

c) Citrato alcalino

Disolver 10 g de citrato trisódico y 0.5 g de hidróxido de sodio en agua destilada. Diluir hasta 50 ml.

d) Hipoclorito de sodio

Solución comercial al 5% aproximadamente. Esta solución se descompone lentamente al romperse el sello de la tapa de la botella.

Reemplazar cada dos meses.

e) Nitro prusiato de sodio

Disolver 0.25 g de nitro prusiato de sodio en 50 ml de agua destilada.

Envasar en una botella ámbar durante un mes.

Manual de laboratorio

f) Solución fenólica

Mezclar 2.775 ml de fenol líquido (89% m/v) y alcohol etílico al 95% hasta un volumen de 25 ml.

Preparar semanalmente. **PRECAUCIÓN:** Use guantes y protección ocular al manipular fenol; utilizar una buena ventilación para reducir al mínimo toda la exposición del personal a esta sustancia volátil tóxico.

PRECAUCION: Usar guantes, protectores para los ojos y una buena ventilación en el momento de manipular el fenol, para evitar los gases tóxicos de esta sustancia volátil.

g) Solución oxidante

Preparar diariamente una mezcla de 100 ml de una solución de citrato alcalino con 25 ml de hipoclorito de sodio.

h) Patrones

Preparar patrones a partir de la solución estándar de amonio (10 ppm) que estén entre 0.1 – 0.6 ppm en balones aforados de 10 ml.

Enrasar a 10ml con agua destilada.

10.2 Determinación

- A una muestra de 25 ml en un matraz erlenmeyer de 50 ml, añadir, con mezclando minuciosamente después de cada adición, 1 ml de solución de fenol, 1 ml de solución de nitroprusiato de sodio, y 2.5 ml de la solución oxidante.
- Cubrir completamente la muestra con envoltura plástica o de parafina.
- Dejar aparecer el color en una habitación con luz tenue a una temperatura de 22 a 27 °C durante una hora mínima. El estará estable por 24 horas.
- Medir la absorbancia en el espectrofotómetro uv-visible a 640 nm.
- Preparar un blanco y por lo menos dos patrones con la solución stock de amonio en el rango de concentración de las muestras.
- Realizar el mismo tratamiento para las muestras y los patrones.

11. Cálculos y expresión de resultados

Preparar una curva estándar trazando las lecturas de absorbancia de los patrones contra las concentraciones de amoníaco de los patrones. Calcular concentración de la muestra mediante la comparación de la absorbancia de la muestra con la curva estándar.

Tabla I23-2: Recolección de datos de práctica I23

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN
1		
2		
3		

12. Referencias:

- Standart Methods for the examination of water and water taste. Método del Fenato No 4500 NH₃. F.

Práctica I24

“Determinación de Fluoruro. Método Potenciométrico de Ion Selectivo. Instrumento: Orion Star A329 portable pH/ISE/Conductivity/RDO/DO meter”

1. Introducción

Los iones fluoruro se encuentran en forma natural en el agua. El fluoruro forma complejos con silicio, aluminio y boro. Estos complejos pueden existir en el agua debido al uso de compuestos fluorados por la industria. En muchas comunidades la fluoración de aguas potables se utiliza para la prevención de caries dental. Sin embargo en muchas regiones los niveles de fluoruro exceden con mucho los límites máximos permisibles y su presencia (natural) se convierte en un problema de salud pública. La determinación de fluoruros ha incrementado su importancia con el crecimiento de las prácticas de fluoración de aguas como una medida de salud pública. La mayoría de las aguas no contienen más allá de 0.3 mg/l de fluoruros, excepto cuando se contaminan con desechos industriales o aguas negras, sobre todo si provienen de industrias del acero, aluminio, fertilizantes, de la elaboración de esmaltes y vidrios, en la fabricación de gomas y almidones adhesivos así como del pretratamiento de cueros y pieles

2. Objetivo

- Determinación de ion calcio en muestras de aguas utilizando el método de ion selectivo de calcio.

3. Alcance

Las aplicaciones incluyen mediciones de agua potable y aguas residuales, así como industrial, control de calidad y áreas de investigación. El electrodo de fluoruro presenta una excelente respuesta Nernstiana a concentraciones desde 10^{-5} M de saturación, y dará resultados analíticamente útiles hasta 10^{-6} M.

4. Responsabilidades

Las precauciones habituales son suficientes si se tiene cuidado para no disolver cualquier carbonato de calcio que puede precipitar en reposo\

5. Principio del método.

Orion Star A329 portable pH/ISE/Conductivity/RDO/DO meter.

Estos medidores son capaces de medir pH, mV, mV relativos (RmV), ORP, ISE, conductividad, TDS, salinidad, resistividad, oxígeno disuelto y la temperatura en ° C o ° F.

5.2 Principio del método

Manual de laboratorio

La operación de un electrodo de fluoruro se basa en el potencial que se desarrolla a través de una membrana de un solo cristal de fluoruro de lantano. Este potencial es proporcional a la actividad de los iones de flúor en contacto con la membrana. La actividad se relaciona con la fuerza eléctrica que ejerce cada ion en la solución con respecto a todos los otros iones. La actividad se relaciona, pero no es lo mismo con la concentración. La relación entre la actividad del ion fluoruro y potencial se establece mediante la ecuación Nernstiana:

$$E = E^{\circ} + 2.3 S \log A$$

Dónde: E = potencial de electrodo medido; E° = suma de todos los potenciales del sistema; S = pendiente del electrodo; A = actividad de ion fluoruro

A 25 ° C, la pendiente Nernstiana ideal del electrodo es -59.2 mV por década de incremento en la actividad del ion fluoruro.

La actividad del ion del fluoruro se relaciona con la concentración del fluoruro libre así:

$$a = \gamma c$$

Dónde: a = actividad; γ = coeficiente de actividad; c = concentración

El coeficiente de actividad γ depende y puede ser estimado de la cantidad total de iones en solución, es decir, la fuerza iónica. La fuerza iónica es una preocupación esencial al usar electrodos selectivos de iones. En la práctica, la fuerza iónica total de buffer de ajuste (TISAB) se añade para aumentar la fuerza iónica de patrones y muestras de niveles altos, esencialmente constantes. En esta situación “combinada” (coeficientes de actividad iguales) trabajando las curvas de concentración puede estar preparado para el análisis de iones de flúor.

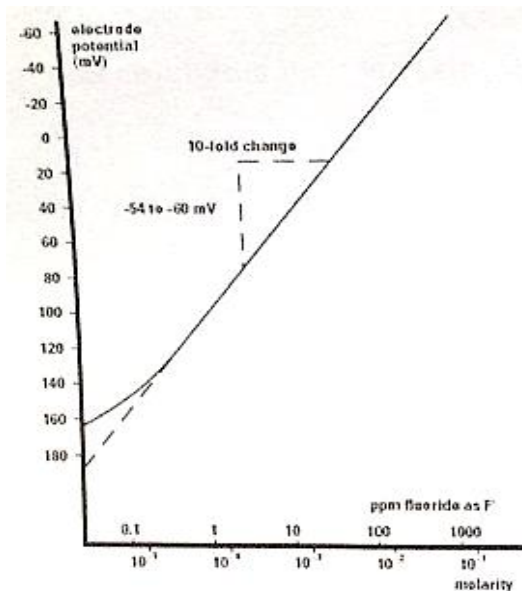


Figura I24-1: Curva de Calibración de fluoruro

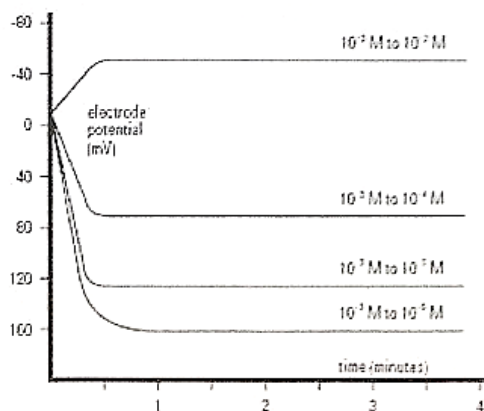


Figura I24-2: Tiempo de respuesta de fluoruro

6. Interferencias

El fluoruro forma complejos con cationes polivalentes tales como el aluminio y el hierro. Para medir con precisión la concentración de fluoruro con un electrodo, el fluoruro debe existir libre, en un estado no complejado. Esto se logra mediante la adición de un agente complejante que atará los iones metálicos. La adición de TISAB servirá para descomplejar de iones de flúor.

La mayoría de aniones incluyendo Cl^- , Br^- , SO_4^{4-} y NO_3^- no interfieren con las mediciones del ion fluoruro; sin embargo, interfiere hidróxido (OH^-). Esta interferencia se puede eliminar almacenando la muestra en un buffer al pH 5 a 5.5. En soluciones ácidas ($\text{pH} < 5$), iones hidrógeno complejan al fluoruro. HF y HF^{2-} no asociados son formados. Este complejante de fluoruro puede ser eliminado almacenando la muestra en un buffer al pH 5 a 5.5.

7. Equipo y Materiales

- Thermo Scientific Orión A329
- Electrodo Ion selectivo de Fluoruro.
- Beaker 50 ml
- 4 Matraz aforado 25ml
- Balanza analítica
- Vidrio reloj
- Probeta 25 ml
- 5 vasos de precipitados 50 ml
- Espátula

Manual de laboratorio

8. Reactivos

Tabla I24-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica I24

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Solución
Agua destilada	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³	-	100 ml	
Fluoruro de sodio	NaF	41.99 g/mol	2.8g/cm ³	R 25, 32, 36/38 S 22, 36, 45	0.0105 g	25 ml

9. Acciones Previas

Tomar un mínimo de 300 ml de muestra en un envase de polietileno o teflón, pueden ser muestras simples o compuestas. No se requiere de ningún tratamiento especial en campo. Mantener refrigerado a 4 °C. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 28 días.

10. Descripción del procedimiento.

10.1 Preparación De Reactivos

Solución buffer de NaF de 0.01 M.

- Disolver 0.0105 g de cloruro de calcio en un beaker y aforar a 25 ml.

10.2 Diluciones en serie

La dilución en serie es el mejor método para la preparación de soluciones estándar. La dilución en serie significa que un estándar inicial se diluye, utilizando material de vidrio volumétrico, para preparar un segundo estándar solución. El segundo estándar se diluye de manera similar para preparar una tercero estándar, y así sucesivamente, hasta que el intervalo deseado de estándares se ha preparado.

Preparar un 10⁻³ Estándar M: Pipetear 2.5 ml de la 10⁻² Estándar M en un matraz aforado de 25 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada agua y mezclar bien.

Preparar un 10⁻⁴ Estándar M: Pipetear 2.5 ml de la 10⁻³ Estándar M en un matraz aforado de 25 ml. Diluir hasta la marca con agua destilada agua y mezclar bien.

10.3 Método directo

- a) Retire la tapa de goma que cubre la punta del electrodo.
- b) Rellene el electrodo con la solución de llenado.
- c) Conectar el electrodo al medidor Thermo Scientific Orión A329. El sistema está ahora listo para su uso.

Manual de laboratorio

- d) Coloque los electrodos en una solución estándar. Ponga el medidor en el modo de calibración de concentración.
- e) Introduzca la concentración de su estándar.
- f) Registre la lectura mV del estándar una vez que se haya estabilizado.
- g) Enjuague con agua destilada. Coloque el electrodo en una segunda solución estándar.
- h) Introduzca el nuevo valor de la concentración y registre la lectura de milivoltios, una vez que se haya estabilizado. El instrumento está calibrado y listo para muestras una vez termina con los estándares. La operación correcta del electrodo se indica mediante una pendiente de -54 a -60 mV (suponiendo soluciones se midieron entre 20 y 30 ° C).
- i) Enjuague con agua destilada. Coloque el electrodo en la solución de la muestra. Leer concentración. Repetir 3 veces por muestra.
- j) Para obtener los mejores resultados, recalibrar cada 2 horas.

10.4 Método manual

- a) Realizar una curva de calibración utilizando las lecturas de milivoltios versus concentración (eje lineal).
- b) Ubicar los valores de los milivoltios obtenidos en la gráfica y determinar la concentración de la muestra

11 Cálculos y expresión de resultados

11.1 Calibración

Tabla I24-2: Recolección de datos de calibración de práctica I24

Concentración de Estándar (M)	mV
0.01	
0.001	
0.0001	

11.2 Método directo

Tabla I24-3: Recolección de datos de práctica I24

Muestra	Concentración (M)	Temperatura (°C)
1		
2		
3		

12 Precisión y sesgo

- Rango de Concentración: Soluciones saturadas hasta 10^{-6} M (0,02 ppm)
- Rango de pH: pH 5-7 a 10^{-6} M (0,02 ppm F⁻) hasta pH 11 a 10^{-1} M (1900 ppm F⁻)
- Rango de temperatura: 0 a 80°C (uso continuo), 80 a 100°C (uso intermitente)
- La resistencia de los electrodos: 150 – 200 kilohms
- Reproducibilidad: $\pm 2\%$

13. Referencia

- Thermo Fisher Scientific Inc. Guía de usuario electrodo selectivo de fluoruro, Thermo Orion A329, México.

Práctica I25

“Determinación de Nitrito”

1. Introducción.

El nitrito considerado como una etapa intermedia en el ciclo del nitrógeno puede estar presente en el agua como resultado de la descomposición biológica de materiales proteicos. En aguas superficiales crudas, las huellas de nitritos indican contaminación. También se puede producir el nitrito en las plantas de tratamiento o en los sistemas de distribución de agua, como resultado de la acción de bacterias sobre el nitrógeno amoniacal.

El nitrito puede entrar en un sistema de abastecimiento a través de su uso como inhibidor de corrosión en agua de proceso industrial. El nitrito es un agente etiológico potencial de metahemoglobinemia. El ácido nitroso, que se forma de nitritos en solución ácida, puede reaccionar con aminas secundarias (RR'-NH) para formar nitrosaminas (RR'-N-N=O) muchas de las cuales son conocidas por ser potentes agentes carcinogénicos.

El nitrógeno de nitritos rara vez aparece en concentraciones mayores a 1 mg/l aún en efluentes de plantas de tratamiento municipales. Su concentración en aguas superficiales y subterráneas es normalmente más baja de 0,1 mg/l Debido a que el nitrógeno es un nutriente esencial para organismos fotosintéticos, es importante el monitoreo y control de descargas del mismo al ambiente.

2. Objetivos

- Determinar la cantidad de nitritos en aguas mediante un método de colorimetría

3. Alcance

Para la determinación de nitrógeno de nitritos, en agua natural, residual y residual tratada, el rango aplicable el método de medidas espectrofotométricas es de 10 a 1000 $\mu\text{g NO}_2\text{-N/l}$.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principio del método

5.1 Definición de Colorimetría

Las técnicas colorimétricas se basan en la medida de la absorción de radiación en la zona visible por sustancias coloreadas. En algunas ocasiones, la muestra que deseamos determinar no posee color por si misma; en tal caso, es preciso llevar un desarrollo de color

Manual de laboratorio

empleando reactivos que den lugar a sustancias coloreadas con la muestra que interesa estudiar.

La colorimetría y fotocolorimetría no son en realidad técnicas distintas y la diferencia estriba en el tipo de instrumento empleado, de forma que se denomina colorímetro a aquellos aparatos en los que la longitud de onda con la que se trabaja se selecciona por medio de filtros ópticos; en los fotocolorimétricos o espectrofotómetros la longitud de onda se selecciona mediante dispositivos monocromadores.

5.2 Principio del método

El Nitrito (NO_2^-) se determina mediante la formación de un color rojizo púrpura tinte azo producida en pH 2.0 a 2.5 por acoplamiento diazotado sulfanilamida con N-(1-naphthyl)-etilendiamina diclorhidrato (NED Diclorhidrato). El margen aplicable el método de las medidas espectrofotométricas es de 10 a 1000 $\mu\text{g NO}_2^-/\text{l}$. Las mediciones fotométricas se pueden realizar en el intervalo de 5 a 50 $\mu\text{g N/l}$ si un 5-cm trayectoria de la luz y el color verde se usa el filtro. El sistema de color obedece la ley de Beer hasta 180 $\mu\text{g N/l}$, con 1-cm ruta de la luz a 543 nm. Concentraciones Superiores de NO_2^- pueden determinarse mediante dilución una muestra

6. Interferencia

- La incompatibilidad química hace improbable que NO_2^- , cloro libre, y tricloruro de nitrógeno (NCl_3) convivan.
- NCl_3 imparte un falso color rojo cuando se añade reactivo de color.
- Los siguientes iones interfieren debido a las precipitaciones en las condiciones de prueba y deben estar ausentes: Sb^3 , Au^3 , Bi^3 , Fe^3 , Pb^2 , Hg^2 , Ag , chloroplatinate (PtCl_6^{2-}), y metavanadato amónico (VO_3^{2-}). Ion cúprico puede causar resultados bajos de la catalización de la descomposición diazonio sal. Iones de colores que alteran el sistema de color también deben estar ausentes.
- Retirar sólidos suspendidos por filtración.

7. Equipo y materiales

- a. Equipos colorimétricos: Uno de se requiere lo siguiente: a. Espectrofotómetro, para su uso en 543 nm, proporcionando una trayectoria de luz de 1 cm o más.
- b. Fotómetro de filtro, proporcionando una trayectoria de luz de 1 cm o más y equipados con un filtro verde que tiene transmitancia máxima cerca de 540 nm.

8. Reactivos

Tabla I25-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica I25

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de dilución
Agua destilada	H_2O	18.01528 g/mol	-	1 g/cm ³	-	-	-

Manual de laboratorio

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)	Información reglamentaria	Cantidad	Volumen de dilución
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	98.08 g/mol	6N	1.84 g/cm ³	R: 35 S: 1/2, 26, 30, 45	2 ml	100 ml
Ácido fosfórico	H ₃ PO ₄		85%	1.71 g/cm ³	R 34 S 26, 36/37/39, 45	10 ml	100 ml
Permanganato de potasio	KMnO ₄	158.03 g/mol	-	2.70 g/cm ³	R 8, 22, 50/53 S 60, 61	0.16 g	100 ml
Oxalato de sodio	Na ₂ C ₂ O ₄	134 g/mol	-	2.27 g/cm ³	R 21/22 S 24/25	0.3350 g	100 ml
Nitrito de sodio	NaNO ₂	69.00 g/mol	-	2.1 g/cm ³	R 8, 25, 50 S 45, 61	5 g	100 ml
sulfanilamida	C ₆ H ₈ N ₂ O ₂ S	172.2 g/mol	-	1.08 g/cm ³	-	1 g	100 ml
N-(1-naftil)etilendiamina dihidrocloruro	C ₁₂ H ₁₆ Cl ₂ N ₂	259.18 g/mol	-	0.38 g/cm ³ (densidad aparente)	R: 36/37/38 S: 22-26-36	0.1 g	100 ml
Sulfato ferroso amónico	Fe (NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂ ·6H ₂ O	392.14 g/mol	-	1.86 g/cm ³	R 45, 26, 48/23/25, 62, 63, 68, 50/53 S 53, 4, 60, 6,	1.9607 g	100 ml
Cloroformo	CHCl ₃	119.39 g/mol	-	1.484 g/cm ³	R 22, 38, 40, 48/20/22 S 2, 36/37	0.15 ml	100 ml

9. Acciones previas

Nunca use ácido para preservación de muestras a analizar para NO₂⁻. Hacer la determinación con prontitud en muestras frescas para evitar la conversión bacteriana de NO₂ a NO₃ o NH₃. Para la conservación a corto plazo para 1 a 2 días, congelar a -20 ° C o se almacenan a 4 ° C.

10. Procedimiento experimental

10.1 Preparación de reactivos

- a. Agua libre de nitritos
- b. El reactivo de color: Para 80 ml de agua se añaden 10 ml de 85% de ácido fosfórico y 1 g de sulfanilamida. Después de disolver completamente la sulfanilamida, añadir 0.1 g de N-(1-naftil)etilendiamina dihidrocloruro. Mezcle para disolver, luego se diluye a 100 ml con agua. La solución es estable durante un mes si se conserva en un frasco oscuro en el refrigerador.
- c. Oxalato de sodio, 0.025 M (0.05 N): Disolver 0.3350 g Na₂C₂O₄ pureza patrón primaria, en agua y diluir hasta 100 ml.

Manual de laboratorio

d. Sulfato ferroso amónico, 0.05 M (0.05 N): Disolver 1.9607 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ más 2 ml de H_2SO_4 concentrado en agua y diluir hasta 100 ml.

e. Solución de nitrito de Stock: ensayos con NaNO_2 comercial grado reactivo a menos de 99%.

Debido NO_2^- se oxida fácilmente en presencia de humedad, utilizar una botella fresca de reactivo para la preparación de la solución madre y mantener botellas tapadas firmemente contra el libre acceso de aire cuando no esté en uso. Para determinar el contenido de NaNO_2 , añadir un exceso de solución estándar conocida de KMnO_4 0.01 M (0.05 N) (ver h a continuación), descarga de color del permanganato con una cantidad conocida de reductor estándar tal como $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.025 M o 0.05 M de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$, y titular con la solución de permanganato estándar.

1) Preparación de la solución stock: Disolver 0.1232 g de NaNO_2 en agua y diluir a 100 ml; 1.00 ml = 250 N. mg Preserve con 2 gotas de CHCl_3 .

2) Normalización de nitrito de stock solución: Pipetear, a fin, 50.00 ml de estándar de KMnO_4 0,01 M (0,05 N), 5 ml de H_2SO_4 concentrado y 50,00 ml de solución stock NO_2^- en un frasco con tapón de vidrio o una botella. Sumergir punta de pipeta bien debajo de la superficie de permanganato-ácido solución mientras se agrega la solución stock NO_2^- . Agitar suavemente y calentar a 70 a 80 ° C en un hot plate. Descargue del color mediante la adición de permanganato de suficientes porciones de 10 ml de estándar $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,025 M. Valorar el exceso de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ con KMnO_4 0,01 M (0,05 N) hasta el punto final rosa pálido. Realizar un blanco de agua a través de todo el procedimiento y hacer las correcciones necesarias en el cálculo final, como se muestra en la siguiente ecuación.

Si se sustituye la solución de sulfato ferroso amónico 0.05M norma por $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, omite calefacción y extender el periodo de reacción entre KMnO_4 y Fe^{2+} a 5 minutos antes de la toma final de titulación KMnO_4 .

Calcular contenido de NO_2^- N de solución madre por la siguiente ecuación:

$$A = \frac{[(B \times C) - (D \times E)] \times 7}{F}$$

Dónde:

A= mg NO_2^- N/ml en solución stock de NaNO_2

B= gasto de ml totales de estándar de KMnO_4

C= normalidad del estándar de KMnO_4

D= total ml de esta reductor estándar

F = ml solución madre NaNO_2 tomado para la titulación

Cada 1.00 ml de KMnO_4 0.01 M (0.05 N) consumido por la solución de NaNO_2 corresponde a 1750 mg NO_2^- N.

f. Solución de nitrito intermedio: Calcular el volumen, G, de solución stock de NO_2^- requerida para la solución NO_2^- intermedia de $G = 12,5 / A$. Diluir el volumen G (aproximadamente 50 ml) a 250 ml con agua; 1,00 ml = 50,0 g N. Prepare diariamente.

g. Solución de nitrito estándar: Diluir 10,00 ml solución NO_2^- intermedia a 1000 ml con agua; 1,00 ml = 0,500 g N. Prepare diaria.

h. Valoración de estándar permanganato de potasio, 0,01 M (0,05 N): Disolver 0.16 g de KMnO_4 en 100 ml de agua destilada. Guarde en un frasco con tapón de vidrio marrón y durante al menos 1 semana. Decantar cuidadosamente o sobrenadante pipeta sin remover

Manual de laboratorio

cualquier sedimento. Estandarizar esta solución con frecuencia mediante el siguiente procedimiento:

Pesar 0,1 mg varias muestras de 100 a 200 mg de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ anhidro en vasos de 400 ml.

Para cada vaso, a su vez, añadir 100 ml de agua destilada y agitar hasta disolver. Añadir 10ml de H_2SO_4 1 + 1 de y el calor rápidamente a 90 a 95 ° C. Valorar rápidamente con solución de permanganato estandarizada, mientras se agita, a un ligero punto final color rosa que persiste durante al menos 1 min. No permita que la temperatura caiga por debajo de 85 ° C. Si es necesario, el contenido del vaso de precipitados de abrigo durante la titulación; 100 mg consumirán aproximadamente 6 ml de solución. Ejecute un blanco en agua destilada y H_2SO_4 .

$$\text{Normalidad de } \text{KMnO}_4 = \frac{g \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(A - B) \times 0.33505}$$

Donde

A= ml de titulante para la muestra

B= ml de titulante para blanco

La media de los resultados de varias titulaciones.

10.2 Determinación

a. La eliminación de sólidos en suspensión: Si la muestra contiene sólidos en suspensión, filtrar con un filtro de membrana de 0,45 micras de poro de diámetro.

b. El desarrollo del color: Si la muestra no es entre pH 5 y 9, ajuste al rango con HCl 1N o NH_4OH según se requiera. Para 50.0 ml de muestra, o a una porción diluida a 50.0 ml, añadir 2 ml de reactivo de color y mezclar.

c. Medición fotométrica: Entre 10 min y 2 h después de la adición de reactivo de color a las muestras y estándares, medir la absorbancia a 543 nm. Como guía utiliza los siguientes caminos de luz para el NO_2 indicado las concentraciones de N:

Tabla I25-2: Longitud de la trayectoria de luz (cm)

Longitud de la trayectoria de luz (cm)	$\text{NO}_2\text{-N}$ $\mu\text{g/l}$
1	2-25
5	2-6
10	<2

11. Cálculos y expresión de resultados

Preparar una curva estándar trazando las lecturas de absorbancia de los patrones contra las concentraciones de $\text{NO}_2\text{-N}$ de los patrones. Calcular concentración de la muestra mediante la comparación de la absorbancia de la muestra con la curva estándar.

Tabla I25-3: Recopilación de datos experimentales

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACIÓN
1		
2		
3		

12. Precisión y sesgo

En un solo laboratorio que utiliza muestras de aguas residuales en concentraciones de 0,04, 0,24, 0,55 y 1,04 mg NO₃ + NO₂ - N/l, las desviaciones estándar fueron ± 0.005 , ± 0.004 , ± 0.005 y $\pm 0,01$, respectivamente. En un solo laboratorio que utiliza muestras de aguas residuales en concentraciones de 0,24, 0,55, y 1,05 mg NO₃ + NO₂ - N/l, las recuperaciones fueron de 100%, 102% y 100%, respectivamente.

13. Referencias

- Standart Methods for the examination of water and water taste. Método Colorimétrico No 4500 NO₂.

SECCION IV. DETERMINACION DE CONSTITUYENTE ORGANICO.

SECCION IV.

DETERMINACION DE CONSTITUYENTE ORGANICO.

Cód.

- A6 Acidez mineral. Método valoración por neutralización.
- A7 Residuo seco. Método gravimétrico.
- A12 Oxígeno disuelto. Método valoración yodométrica.
- A13 Demanda química de oxígeno. Método valoración por neutralización.
- I19 Oxígeno disuelto. Método LabQuest Vernier.
- I26 Demanda bioquímica de oxígeno. Método LabQuest Vernier.

Práctica A6.

“Acidez Mineral. Valoración por Neutralización”

1. Introducción

La acidez de una muestra de agua es por definición, su capacidad para reaccionar con una base fuerte hasta un determinado valor de pH. En cuerpos de aguas naturales, la acidez es causada principalmente por el CO_2 y en algunos casos, por ácidos minerales del tipo H_2S o por la presencia en el agua de sales fuertes provenientes de bases débiles (ácidos conjugados). La acidez se expresa como la concentración en “mili equivalentes por gramo” de iones hidrógeno o como la cantidad equivalente de carbonato de calcio requerida para neutralizar dicha acidez.

La medición de la acidez tiene por objeto “cuantificar las sustancias ácidas presentes en un determinado cuerpo de aguas o en un residuo líquido”. Este dato es importante debido a que las sustancias ácidas presentes en el agua, incrementan su corrosividad e interfieren en la capacidad de reacción de muchas sustancias y procesos al interior de los sistemas acuosos. Así, la cuantificación de las sustancias ácidas es útil y necesaria, por cuanto permite su posterior neutralización y, en general, la adecuación del agua para un determinado fin o aplicación.

La acidez en el agua puede estar asociada a la presencia de ácidos débiles tales como el dióxido de carbono, a la presencia de ácidos fuertes como el sulfúrico, clorhídrico y nítrico y a la presencia de sales fuertes que provienen de bases débiles, tales como las de amonio (NH_4^+), hierro III (Fe^{3+}) y aluminio III (Al^{3+}). Aunque la acidez del CO_2 tiene poca importancia desde el punto de vista de la potabilidad, desde el punto de vista industrial es muy importante debido al poder corrosivo de las sustancias ácidas presentes en el agua.

2. Objetivos

- Determinará la acidez de una muestra de agua por medio de técnicas analíticas de titulación para propiedades de corrosión.

3. Alcance

El método es aplicable para mediciones rápidas y de control rutinario de la acidez en aguas tratadas, aguas de proceso y aguas crudas, así como a aguas residuales industriales o urbanas, aunque en estos dos casos si se sospecha la presencia de iones metálicos hidrolizables y/o formas reducidas de cationes polivalentes, se debe realizar un tratamiento previo de oxidación con H_2O_2 .

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principios del método.

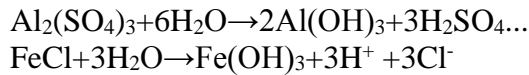
La acidez de un agua es su capacidad para donar protones.

El origen de la acidez se debe:

- Porciones ionizadas de ácidos débiles tales como gas carbónico, ácido tánico, ácido fosfórico, ácidos grasos y compuestos proteicos.



- – sales hidrolizables de algunos metales como sulfato de aluminio y sulfato ferrosos



- - ácidos minerales, cuando el pH es bajo, muestra presencia de ácidos minerales fuertes como: HCl, H₂SO₄, HNO₃.

El CO₂ es el principal causante de la acidez en aguas naturales, se introduce de la atmósfera cuando la presión parcial del CO₂ en el aire es mayor que la presión parcial del CO₂ en el agua.

/-- a. mineral ---- /-- CO₂ + S.h.---/

0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 pH

pH = 4.3 cambio de naranja de metilo

pH = 8.5 cambio de la fenolftaleína

En la curva de titulación del ácido carbónico, la neutralización o punto final estequiométrico sólo se obtiene cuando pH = 8,5 por lo tanto todas las aguas con pH por debajo de 8,5 presentan acidez.

No se puede confundir pH con acidez; ésta puede ser mayor en soluciones de pH=7 que en soluciones de pH= 6, por ejemplo.

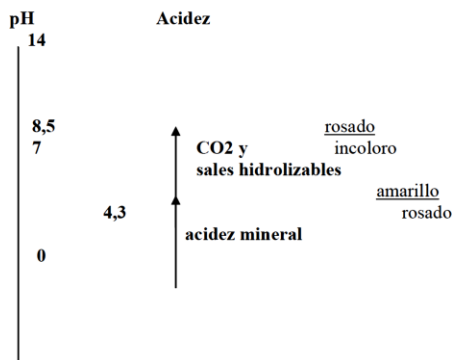


Figura 1: Relación entre pH y acidez.

Manual de laboratorio

Este método está basado en la determinación de la acidez de una muestra por titulación con una solución estándar de Hidróxido de Sodio al vire del indicador Naranja de Metilo (pH 4.2) y expresado como CaCO_3 .

6. Interferencias.

Pueden perderse o ganarse gases disueltos, que contribuyen a la acidez, durante la toma de muestras, el almacenaje e incluso la valoración. Es conveniente reducir al mínimo estos efectos, titulando inmediatamente después de abrir el recipiente, protegiendo la muestra de la atmósfera durante la titulación, evitando agitación o mezcla vigorosa y no dejando que alcance una temperatura superior a la de recolección. En muestras coloreadas o turbias puede oscurecerse el cambio de color en el punto final. El cloro residual puede blanquear el indicador, por lo que debe eliminarse añadiendo 1 gota de tiosulfato de sodio 0.1 M previo a la valoración.

7. Equipo

- Bureta de 50 ml.
- 2 Matraces aforados de 100 ml
- Pipeta volumétrica de 25 ml
- Pera
- Espátula
- Balanza analítica
- 1 Vidrio reloj
- 3 Beaker de 50 ml
- Gotero

8. Reactivos y Soluciones

Tabla A6-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica A6

Nombre	Concentración	Fórmula	PM	Densidad	Frases R y S	Cantidad	Volumen de solución
Hidróxido de sodio	----	NaOH	39.997g/mol	2.1 g/cm ³	R35 S1/2 S37/39 S45 S50 S37/7/8/9 S18 S 24/25 S27	20 g	100 ml
Fenolftaleína	---	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318.327 g/mol	1.28 g/cm ³	R45 R62 R68 S53 S45	1 gr	10 ml

Manual de laboratorio

Continuación Tabla A6-1: Reactivos y soluciones a utilizar en práctica A6

Nombre	Concentración	Fórmula	PM	Densidad	Frases R y S	Cantidad	Volumen de solución
Naranja de metilo	0.1 %	$C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$	327.34 g/mol	1.28 g/cm ³	R25 S37 S 45	0.1 gr	10 ml
Biftalato acido de potasio	----	$C_8H_5O_4K$	204.22 g/mol	1.636 g/cm ³	---	0.19 g	100 ml
Agua destilada	----	H ₂ O	18.01528 g/mol	1 g/cm ³		3 l	-

9. Acciones previas

Las muestras pueden colectarse en frascos plásticos o de vidrio borosilicatado, los que deben llenarse completamente y taparse herméticamente. No existe método de preservación. Deben analizarse sin dilución y evitando alterar las condiciones originales como el pH. En caso de requerirse almacenamiento, este debe realizarse a 4°C por un tiempo máximo de 24 horas.

10. Procedimiento de medición

10.1 Preparación de reactivos

- Solución estándar de hidróxido de sodio 0.02N
- Pesar 0.08 gr. de Hidróxido de Sodio y aforar a 100 ml con agua destilada.
- Indicador naranja de metilo
- Disolver 0.01 g. de Naranja de Metilo en 10 ml. de agua destilada, filtrar si es necesario.
- Fenolftaleína al 1%.
- Disolver 0.1 gr. de Fenolftaleína en 10 ml. de alcohol Etilico o Propanol-2
- Solución de biftalato ácido de potasio
- Pesar 0.019 g de biftalato ácido de potasio previamente secado a 120°C por 2 horas y disolver en agua destilada libre de CO₂ aforando a 100ml.

NOTA= Agua destilada libre de CO₂: Calentar agua destilada a ebullición por espacio de 5 min enfriándola tapada para evitar el contacto con el aire.

10.2 Estandarización

- Tomar una muestra de 25 ml de biftalato ácido de potasio, adicionar 1 gota de indicar fenolftaleína, y titular con la solución estándar de hidróxido de sodio. Registrar los ml. requeridos en la titulación.

Manual de laboratorio

- Repetir la titulación 2 veces más.

10.3 Descripción del procedimiento:

- Transfiera un volumen de muestra de 25 ml. a un beaker de 50 ml.
- Adicione unas gotas del indicador Naranja de Metilo y titule con la solución estándar de Hidróxido de Sodio 0.02 N hasta el vire de rosa al amarillo.
- Registre los ml. de la solución estándar de Hidróxido de Sodio requerido en la titulación

11. Cálculos y expresión de resultados

11.1 Normalidad

Tabla A6-1: Normalidad de hidróxido de sodio

Muestra	Volumen gastado (ml)
1	
2	
3	
PROMEDIO	

Calcular la normalidad utilizando la siguiente fórmula:

$$N_{C_8H_5O_4K} = \frac{m_{C_8H_5O_4K}}{V_{C_8H_5O_4K}} * \frac{1 \text{ meq}}{\frac{204.22}{1000}}$$

DONDE:

$N_{C_8H_5O_4K}$ = Normalidad de la solución estándar de Biftalato ácido de potasio

$m_{C_8H_5O_4K}$ = Peso del biftalato ácido de Potasio (g).

$V_{C_8H_5O_4K}$ = Volumen de disolución de la solución estándar de Biftalato ácido de potasio.

$$N_{NaOH} = \frac{V_{C_8H_5O_4K} * N_{C_8H_5O_4K}}{V_{NaOH}}$$

DONDE:

N_{NaOH} = Normalidad de la solución estándar de Hidróxido de Sodio.

V_{NaOH} = Volumen de la solución estándar de Hidróxido de Sodio requerido en la titulación

$N_{C_8H_5O_4K}$ = Normalidad de la solución estándar de Biftalato ácido de potasio

$V_{C_8H_5O_4K}$ = Volumen de la solución estándar de Biftalato ácido de potasio

11.2 Cálculo de acidez mineral

Tabla A6-2: Recolección de datos de práctica A6

Muestra	Volumen gastado (ml)
1	
2	
3	
PROMEDIO	

$$\text{ppm Acidez (como CaCO}_3\text{)} = \frac{A * N * 0.05 * 10^6}{V}$$

Dónde:

- A=volumen de la solución estándar de hidróxido de sodio requerido en la titulación.
- N= normalidad de la solución estándar de hidróxido de sodio
- V= volumen de la muestra

12. Precisión y sesgo

No se puede hacer una declaración general acerca de la precisión debido a la gran variación en las características de la muestra. La precisión de la titulación es probable que sea mucho mayor que las incertidumbres involucradas en la toma de muestras y manipulación de la muestra antes de su análisis.

13. Referencias

- SM-2310-B. Acidity Titration Method. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21st Edition, 2005.
- ChemDAT. The Merck Chemical Database. 2005'1 International.
- Dirección Nacional de Innovación Académica. (2013). Fundamentos sobre química ambiental. El agua. Agosto 14, 2014, de Universidad Nacional de Colombia. Sitio web:
http://www.virtual.unal.edu.co/cursos/sedes/manizales/4090020/files/pdf/cap_1+.pdf

Práctica A7.

“Determinación de residuo seco. Método gravimétrico”

1) Introducción.

En términos generales, hablamos de "residuo" cuando nos referimos a la materia sólida en suspensión o disuelta en el agua. El residuo puede afectar sensiblemente a la calidad de un agua y, por tanto, limitar sus usos. Las aguas altamente mineralizadas con elevado residuo son peor aceptadas para bebidas, comunican sabor al agua y pueden producir irritación gastrointestinal en usos domésticos y algunos usos industriales específicos. Por estas razones, la reglamentación técnico-sanitaria española incluye el residuo seco a 110°C como carácter físico-químico, estableciendo como valor orientador de calidad un contenido hasta 750 mg/l de agua y como límite máximo tolerable hasta 1.500 mg/l de agua.

En función de las condiciones en que se llevan a cabo la determinación del residuo, éste recibe varias denominaciones.

El término "residuo total" se aplica a la materia restante tras la evaporación de una muestra de agua y su secado a una temperatura determinada de 110°C. El residuo total incluye al "residuo no filtrable", que es el que queda retenido en el filtro la muestra, y al "residuo filtrable", que es el que lo atraviesa. Estos dos términos se corresponden con el de sólidos o residuos en suspensión y disueltos, respectivamente.

2. Objetivos

- Determinar la cantidad de residuo seco en muestras de agua.

3. Alcance

Este método es aplicable a aguas potables, superficiales y residuales tanto domésticas como industriales.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, así como también la calibración del equipo, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principios Del Método.

5.1 Evaporación.

Es un proceso físico que consiste en el paso lento y gradual de un estado líquido hacia un estado gaseoso, tras haber adquirido suficiente energía para vencer la tensión superficial. A diferencia de la ebullición, la evaporación se puede producir a cualquier temperatura, siendo más rápido cuanto más elevada sea esta. No es necesario que

Manual de laboratorio

toda la masa alcance el punto de ebullición. Cuando existe un espacio libre encima de un líquido, una parte de sus moléculas está en forma gaseosa, al equilibrarse, la cantidad de materia gaseosa define la presión de vapor saturante, la cual no depende del volumen, pero varía según la naturaleza del líquido y la temperatura. Si la cantidad de gas es inferior a la presión de vapor saturante, una parte de las moléculas pasan de la fase líquida a la gaseosa: eso es la evaporación. Cuando la presión de vapor iguala a la atmosférica, se produce la ebullición.

5.2 Residuo seco en agua.

Una muestra homogeneizada es evaporada y secada hasta peso constante a 110° C como incremento de tara. A esta temperatura se pierde una parte o la totalidad del agua intersticial y de cristalización, pasando los bicarbonatos a carbonatos, como pérdida de CO₂.

6. Interferencias.

Presencia de cloro residual.

7. Material y equipo

- Crisol.
- Balanza analítica
- Hot plate.

8. Reactivos y Soluciones

Tabla A7-1: Reactivos a utilizar en práctica A6

Nombre	Fórmula	Cantidad	PM	Densidad	Frases R y S
Agua destilada	H ₂ O	50 ml	18 g/mol	1 g/cm ³	----

9. Acciones Previas:

- Para la preservación de las muestras por más de 28 días hay que congelarlas a -20° C, o conservar las muestras acidificando a pH<2 y almacenar a 4° C.
- Si se conservan las muestras con ácido, se deben neutralizar con una base fuerte antes de realizar la determinación.

ADVERTENCIA: aunque la acidificación es conveniente para algunos tipos de muestras, esta produce interferencias cuando el amonio está presente en sólidos sin filtrar.

10. Descripción del procedimiento.

10.1 Procedimiento general.

Homogeneizar la muestra y luego evaporar y secar hasta peso constante a 110° C como incremento de tara. A esta temperatura se pierde una parte o la totalidad del agua intersticial y de cristalización, pasando los bicarbonatos a carbonatos, como pérdida de CO₂.

11. Cálculos y Expresión De Resultados

$$\frac{Mg}{l} = \frac{(R - T) * 1.000}{V}$$

Siendo:

R = peso del crisol con el residuo en mg.

T = tara del crisol, peso del crisol vacío en mg.

V = ml de muestra utilizados (50 ml).

12. Precisión y sesgo.

Las balanzas analíticas modernas, que pueden ofrecer valores de precisión de lectura de 0,1 µg a 0,1 mg, están bastante desarrolladas de manera que no es necesaria la utilización de cuartos especiales para la medida del peso. Aun así, el simple empleo de circuitos electrónicos no elimina las interacciones del sistema con el ambiente. De estos, los efectos físicos son los más importantes porque no pueden ser suprimidos.

Para evaluar la precisión y sesgo de las medidas se realizara un análisis de datos obtenidos experimentalmente (ver Anexos)

13. Referencias.

Tar Innova I+D, Determinación de residuo seco en agua. Escuela Universitaria politécnica de Sevilla, 2003.

Práctica A12.

“Determinación de Oxígeno Disuelto. Valoración Yodométrica”

1. Introducción

Para la mayoría de los organismos, la presencia de oxígeno en el medio es un importante requisito para la vida. Los niveles de oxígeno disuelto en aguas naturales o residuales dependen de la actividad física, química y bioquímica del sistema de aguas.

Cuando la mezcla de gases atmosféricos está en contacto con el agua, parte del oxígeno se disuelve en el agua, si ésta no está saturada. Su abundancia en el aire es la cuarta parte de la del nitrógeno pero es 2 veces más soluble. La cantidad de oxígeno disuelto depende de la temperatura, la salinidad y la presión. En consecuencia el agua fría solubiliza más oxígeno que el agua tibia, la salinidad disminuye la solubilidad y la presión la aumenta.

El análisis del oxígeno disuelto es una prueba clave en la determinación de la contaminación del agua y el control del proceso de tratamientos de aguas residuales.

2. Objetivos

Determinar la cantidad de oxígeno disuelto en aguas utilizando un método de valoración

3. Alcance

Este método se aplica especialmente en muestras que no contengan más de 50 mg de nitritos por litro (NO_2^-/l) y no más de 1 mg de fierro por litro (Fe^{2+}/l)

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis

5. Principio del método

En el método de la azida de sodio se adiciona una disolución de manganeso divalente y una disolución alcalina yoduro-azida de sodio a una muestra de agua contenida en un frasco de vidrio que debe permanecer cerrado. El oxígeno disuelto, OD, oxida al hidróxido de manganeso disuelto, en cantidad equivalente, para producir un precipitado de manganeso con valencia más alta. Se acidifica la muestra y los iones yoduro reducen al manganeso a su estado divalente produciéndose yodo equivalente al contenido de OD original. El yodo se titula con una disolución normalizada de tiosulfato de sodio. El punto final de la valoración se detecta visualmente con un indicador de almidón.

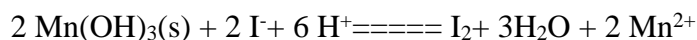
Manual de laboratorio

- Fijación y determinación del oxígeno disuelto

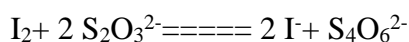
El oxígeno disuelto puede reaccionar cuantitativamente con un exceso de hidróxido de manganeso (II), transformándose rápidamente en hidróxido de manganeso (III):



Al acidificar, el hidróxido de manganeso (III) producido oxida al yoduro, formándose yodo:



El yodo producido, equivalente al oxígeno que había en la muestra, puede ser valorado con tiosulfato sódico, según la reacción:



Debido a que un mol de oxígeno equivale a dos moles de yodo, se requerirán cuatro moles de tiosulfato por cada mol de oxígeno disuelto

6. Interferencias

- En las aguas que tienen concentraciones elevadas de agentes oxidantes y/o reductores (hierro, sulfito, tiosulfato, nitrito, etc.) se presentan interferencias positivas o negativas. Compuestos orgánicos susceptibles a fijar el yodo así como sustancias oxidables en medio básico son otra fuente de error.
- La introducción de burbujas de aire dentro de la botella así como en la manguera de captación produce interferencia positiva.
- El trasvase de la muestra así como la agitación vigorosa favorece la disolución de aire en la muestra y la pérdida de yodo debido a su volatilidad. Esto se evita titulando en el mismo matraz en que se hace la captación.
- La titulación debe hacerse rápidamente para evitar la oxidación del yoduro a yodo debido al contacto con la atmósfera.
- Las aguas que presenten niveles elevados de color debido a la presencia de materia orgánica así como de turbiedad dificultan la visualización del punto final de la titulación.

7. Equipo y materiales

- 1 matraz Winkler de 250 ml
- 1 trípode.
- 1 pinza de bureta.
- 1 bureta de 50 ml.
- 1 pipeta de 10 ml.
- 3 cuenta gotas.
- 1 probeta de 100 ml.
- 1 matraz erlenmeyer de 50 ml.
- 3 matraz aforado de 25 ml.

Manual de laboratorio

- 1 matraz aforado de 100 ml.
- 2 vasos de precipitado de 400 ml.
- 2 vasos de precipitado de 200 ml.
- 2 frascos de plástico de 200 ml.
- 2 frascos opacos.
- 1 varilla de vidrio.
- 1 pizeta.
- 1 pipeta

8. Reactivos

Tabla A12-1: Reactivos a utilizar en práctica A12

Nombre	Fórmula	PM	Densidad (20°C)	Frases R y S	Cantidad	Volumen de dilución
Hidróxido de sodio	NaOH	39.997 g/mol	2.1 g/cm ³	R35 S1/2 S37/39 S45 S50 S37/7/8/9 S18 S 24/25 S27	12.5g	25 ml
Sulfato de manganeso (II)	MnSO4.H2O	169.02 g/mol	2.95 g/cm ³	R51/53 R48/20/22	9 g	25 ml
Tiosulfato de sodio	Na ₂ O ₃ S ₂	158.1	1,74 g/cm ³	R7-22-31	0.62 g	250 ml
Yoduro de potasio	KI	166 g/mol	3.13 g/cm ³	R3-24-42-43-61 S26-36-37-39-45	4 g	25 ml
Almidón	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	(162,14) _n	1,5 g/cm ³	-----	0.1 g	50 ml
Agua destilada	H ₂ O	18,01528 g/mol	1 g/cm ³	-----	-----	----
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	98.08 g/mol	1.84 g/cm ³	R: 35 S: ½, 26, 30, 45	1 ml	250 ml
Yoduro de mercurio	HgI ₂	454.4 g/mol	6.28 g/cm ³	R 26/27/28, 33, 50/53 S 13, 28, 45, 60, 61	0.5 g	50 ml

9. Acciones previas

Se debe evitar que la muestra se agite o entre en contacto con el aire. El análisis de la muestra debe realizarse inmediatamente después de su recolección, por lo cual no es necesario adicionar ningún conservador.

Manual de laboratorio

Si la muestra tiene que ser transportada, para fijar el OD de campo adicionar 2 ml de sulfato manganoso, y mantener a 4°C aproximadamente. No se debe almacenar por más de 8 h.

10. Procedimiento

10.1 Preparación de las disoluciones

a) Solución Sulfato de manganeso (II). Tomar 9 g de sulfato manganoso ($\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ o $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ o $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en un vaso de precipitado. Añadir 6-7 ml de agua destilada y disolver. Enrasar en un matraz aforado de 25 ml con agua destilada.

c) Solución de NaOH al 50 % p/v: Disolver 12.5 g NaOH en un matraz aforado de 25 ml con agua destilada.

b) Solución de Yoduro de potasio-hidróxido de sodio. Disolver 4 g de KI en unos 5 ml de agua destilada. Añadir 6.6 ml de NaOH al 50 % p/v y diluir hasta 25 ml.

PRECAUCIÓN: El NaOH concentrado es muy corrosivo para la piel. Usar guantes y lavar inmediatamente con abundante agua las zonas afectadas.

c) Solución de Tiosulfato de sodio 0.01 N. Hervir 300 ml de agua destilada durante 5-10 minutos. Dejar enfriar y disolver en un vaso de precipitado 0.62 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Emplear unos 100 ml de agua destilada hervida. Transferir la disolución a un matraz de 250 ml, enrasando con agua destilada hervida. La disolución así preparada debe guardarse en un frasco de color topacio.

d) Indicador de almidón. Hacer una pasta mezclando 0.1 g de almidón soluble y 0.5 mg de HgI_2 en unos 2 ml de agua. Verter esta suspensión en 50 ml de agua hirviendo y calentar hasta que se clarifique. Enfriar y guardar en un frasco topacio. Entre 3 y 5 ml de esta preparación será suficiente para la mayoría de las valoraciones.

10.2 Determinación

a) Tomar 250 el frasco Winkler con la muestra de agua, teniendo cuidado de evitar la exposición al aire. Si es agua presurizada, ésta se introduce mediante un tubo que llegue al fondo del frasco. Cuando el agua se desborde, sacar el tubo con cuidado y cerrar la botella, sin introducir burbujas de aire, con el tapón adecuado. Tome la temperatura al agua en el menor tiempo posible.

b) Abrir y adicionar rápidamente, por debajo de la superficie (con un cuentagotas), 1 ml de solución de MnSO_4 . De la misma manera, introducir 1 ml de la disolución de KI-NaOH (USAR GUANTES).

c) Tapar el frasco con cuidado de no atrapar aire y limpiarlo externamente con un papel, todo ello usando guantes. A continuación, invertir con cuidado el frasco presionando el tapón para que no se salga. De este modo, distribuiremos uniformemente el precipitado formado.

d) Una vez que el precipitado se ha sedimentado por lo menos 3 cm por debajo del tapón, añadir 1 ml de H_2SO_4 18 M (98%p/p), también con un cuentagotas y por debajo de la superficie. Volver a tapar y mezclar hasta que el precipitado se disuelva.

e) Tomar con una probeta 50 ml exactamente de la disolución acidulada e introducirlos en un matraz erlenmeyer de 100 ml. Valorar rápidamente con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01 N hasta que el color del yodo palidezca. En este momento añadir 5 ml de indicador de almidón y completar la valoración hasta decoloración. Anotar en este punto el volumen de tiosulfato gastado, para valorar los 50 ml de muestra.

10.2 Medición aproximada de la concentración de oxígeno

En cada frasco se añaden 2 gotas de sulfato de manganeso y 2 gotas de hidróxido de sodio. Se coloca un tapón y agita. Se formará un precipitado de diferente color, en función de la concentración de oxígeno.

Tabla A12-2: Color de precipitado en función de la concentración de oxígeno

Color del precipitado	Contenido de oxígeno del agua	Grado de contaminación org.
Castaño	Buena, más de 9 mg/l de O ₂	Débil o sin contaminación
Amarillo	Pobre, de 1 a 9 mg/l de O ₂	Contaminación media
Blanco	Muy escaso, menos de 1 mg/l de O ₂	Contaminación muy fuerte

Realizar la valoración dos veces. Si los resultados son muy distintos, realizarla una tercera vez y desechar el valor erróneo

11. Cálculos y expresión de resultados

Tabla A12-3: Recolección de datos de práctica A12

Muestra	Volumen de tiosulfato sódico gastado (ml)	Milimoles de tiosulfato sódico gastados	Milimoles de O ₂ en la muestra
1	Vts	Vts × 0.01	¼ Milimoles de tiosulfato sódico gastados
2			
3			

$$\frac{mg}{l} \text{ de } O_2 = \frac{\text{milimoles de } O_2}{0.5 l} \times Pm(O_2)$$

12. Precisión y sesgo

La precisión es de ±50µg/l

13. Alternativas de medición

Se puede realizar esta medición por medio de la una sonda de oxígeno disuelto de membrana conectada al LabQuest Vernier. También con una sonda de oxígeno disuelto óptica.

14. Referencias

- Universidad de Cádiz. (2001). *Determinación de oxígeno disuelto por el método Winkler*. Recuperado el 27 de agosto de 2014, de <http://www2.uca.es/grup-invest/corrosion/integrado/P3.pdf>
- Real Instituto de Jovellanos. (2010). *Medición de Oxígeno Disuelto en agua dulce*. Recuperado el 27 de agosto de 2014, de http://www.iesjovellanos.com/archivos/edicion_oxigeno_diesuelto.1286905860.pdf

Práctica A13

“Determinación de la Demanda Química de Oxígeno”

1. Introducción

La DQO expresa la cantidad de oxígeno equivalente necesario para oxidar las sustancias presentes en las aguas residuales, mediante un agente químico fuertemente oxidante, como el permanganato potásico (KMnO_4), utilizado en aguas limpias y el dicromato potásico ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), utilizado en aguas residuales, ya que el uso de permanganato potásico en aguas residuales produce unos errores por defecto muy importantes. Por lo tanto, la DQO, medirá tanto la materia orgánica biodegradable por los microorganismos, como la materia orgánica no biodegradable y la materia inorgánica, oxidable por ese agente químico.

Esta medida de la DQO, es una estimación de las materias oxidables presentes en el agua y es función de las características de los componentes presentes, de sus proporciones respectivas, de las posibilidades de oxidación y de la temperatura y otros.

Se mide a temperatura ambiente y corresponde a una degradación de la materia orgánica entre el 70 y el 80% de la materia orgánica total en aguas residuales. Esta medida puede tardar unas 3 horas en realizarse.

Las concentraciones de DQO en las aguas residuales industriales pueden tener unos valores entre 50 y 2000 mgO_2/l , aunque es frecuente, según el tipo de industria, valores de 5000, 1000 e incluso más altos.

Su máxima concentración es de 1000 mgO_2/l .

2. Objetivos

Determinar la demanda química de oxígeno en aguas.

3. Alcance

La técnica no se debe usar para muestras que contengan más de 2 000 mg de Cl^-/l

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis

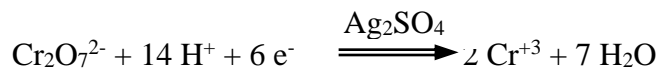
5. Principio del método

La determinación más general para la DQO, es con dicromato potásico en exceso en medio ácido, con la ayuda de catalizadores en presencia de sulfato de plata (Ag_2SO_4) que actúa como agente catalizador, y de sulfato mercuríco (HgSO_4) adicionado para remover la interferencia de los cloruros. El dicromato oxida la materia orgánica y la inorgánica presentes en la muestra, reduciéndose de Cr^{+6} a Cr^{+3} . El ensayo se realiza a 150 °C, a reflujos total durante 2 horas. Después de la digestión, el exceso de dicromato potásico se

Manual de laboratorio

valora con Sal de Mohr, utilizando como indicador la ferroina, pasando la disolución de color verde a rojo.

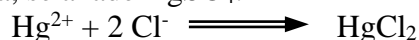
Las reacciones implicadas en la determinación de la DQO son estas:



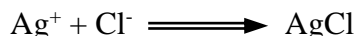
Los cloruros interfieren:



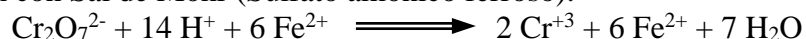
Para evitar la interferencia, se añade HgSO_4 :



Con HgSO_4 insuficiente:



Valoración con Sal de Mohr (Sulfato amónico ferroso):



6. Interferencias

Los compuestos alifáticos volátiles de cadena lineal no se oxidan en cantidad apreciable, en parte debido a que están presentes en la fase de vapor y no entran en contacto con el líquido oxidante; tales compuestos se oxidan más efectivamente cuando se agrega Ag_2SO_4 como catalizador. Sin embargo, éste reacciona con los iones cloruro, bromuro y yoduro produciendo precipitados que son oxidados parcialmente.

La interferencia más común son los cloruros, pues reaccionan con el dicromato potásico dando un error en la determinación y por otra parte también reaccionan con el sulfato de plata, perdiéndose así catalizador en la reacción. Para ello se añade a la disolución sulfato mercúrico (HgSO_4) en exceso, que por acomplejamiento antes del proceso de reflujo con sulfato de mercurio (HgSO_4), forma el cloruro mercúrico, muy poco soluble en medio acuoso y elimina la interferencia. La técnica no se debe usar para muestras que contengan más de 2 000 mg de Cl^-/l ; existen otros procedimientos diseñados para determinar la DQO en aguas salinas.

También puede haber interferencias de nitritos a concentraciones elevadas y algunas especies inorgánicas reducidas

7. Equipos y materiales

- Estufa.
- Agitador magnético.
- Pipetas (4)
- Bureta y soporte universal
- Probetas
- Matracas Erlenmeyer
- Balanza analítica
- Espátula
- Matracas aforados de 25 ml y 100 ml

8. Reactivos y soluciones

Tabla A13-1: Reactivos a utilizar en práctica A13

Nombre	Fórmula	PM	Densidad (20°C)	Frases R y S	Cantidad	Volumen de dilución
Dicromato Potásico	$K_2Cr_2O_7$	294.2 g/mol	2.7 g/cm ³	R: 45-46-60-61-8-21-25-26-34-42/43-48/23-50/53 S: 53-45-60-61	1.2259 g	100 ml
Sulfato de Plata	Ag_2SO_4	311.80 g/mol	5,45 g/cm ³	R 36, 41 S 22, 36, 39	-	-
Sulfato Mercuríco	$HgSO_4$	296.68 g/mol	6.5 g/cm ³	R: 26/27/28, 33, 50/53 S: (1/2), 13, 28, 36, 45, 60, 61	-	-
Ferrouina	$C_{36}H_{24}FeN_6O_4S$	692,24 g/mol	1.006 g/cm ³	R: 22-52	Gotas	-
Sal de Mohr (sulfato ferroso amónico o sulfato de hierro y amonio hexahidratado)	$Fe(NH_4)(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$	392,14 g/mol	1,86 g/cm ³	R36/37/38	9.8 g	100 ml
Agua destilada	H_2O	18,01528 g/mol	1 g/cm ³	-----	-----	----
Ácido sulfúrico	H_2SO_4	98.08 g/mol	1.84 g/cm ³	R: 35 S: 1/2, 26, 30, 45	-	-

9. Acciones previas

Para este parámetro se debe almacenar en una botella de plástico de polipropileno o de vidrio y a una temperatura de 4 °C, con 2 ml/l de H_2SO_4 , para preservar la muestra, ya que podría dar cálculos erróneos en la medida. La muestra debe analizarse si es preciso antes de 24 horas.

10. Procedimiento

10.1 Preparación de reactivos

a) Solución estándar de dicromato potásico, 0.0417 M. Disolver 1.2259 g de $K_2Cr_2O_7$, grado estándar primario, previamente secado durante 2 h a 103°C, en agua destilada y diluir a 100 ml.

Manual de laboratorio

b) Reactivo de ácido sulfúrico. Agregar con cuidado Ag_2SO_4 grado reactivo o técnico, en cristales o en polvo, sobre H_2SO_4 concentrado en proporción de 5.5 g de Ag_2SO_4 /Kg de H_2SO_4 y 1 g de HgSO_4 , por cada 5.0 ml del reactivo de ácido sulfúrico. Dejar en reposo 1 o 2 días para la disolución del Ag_2SO_4 .

c) Disolución de Sal de Mohr (sulfato ferroso de amonio), 0.25 M. Disolver unos 9.8 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada; agregar 2 ml de H_2SO_4 concentrado, enfriar y diluir a 100 ml.

10.2 Estandarización

Estandarizar la solución de Sal de Mohr diariamente con una solución estándar de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ así:

Diluir 5 ml de la solución estándar de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ a aproximadamente 50 ml; agregar 15 ml de H_2SO_4 concentrado y enfriar. Titular con Sal de Mohr, en presencia de 0.10 a 0.15 ml (2 o 3 gotas) de indicador de ferroina.

$$M \text{ de la Sal de Mohr} = V \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ (ml)} / V \text{ de la Sal de Mohr (ml)} \cdot 0.25$$

10.3 Determinación

El agua residual se analiza a temperatura ambiente, por lo que hay que dejarla un tiempo una vez sacada del refrigerador y agitarla para que sea una suspensión homogénea y no haya errores en la medida. El agua residual se filtra en filtros de 0.45 μm antes de su determinación. Una vez que el agua residual está filtrada, se añaden a los tubos, a los que se les ha introducido un núcleo de agitación, 10 ml de muestra, 5 ml de la disolución de dicromato potásico y 15 ml de la disolución de reactivo de ácido sulfúrico. También se hacen diluciones de la muestra con un volumen conocido, al igual que un blanco, añadiéndose después los demás reactivos. Estos tubos se homogenizan y se cierran con el tapón con cierre de teflón, introduciéndose en una estufa a 150 °C, durante dos horas. Una vez terminada la reacción, los tubos se dejan enfriar y se les añade unas dos gotas de ferroina y se valora el exceso de dicromato potásico con Sal de Mohr, hasta el cambio de color de verde a rojo.

11. Cálculos y expresión de resultados

Tabla A13-2: Recolección de datos de práctica A13

Muestra	Volumen gastado (ml)
1	
2	
3	
PROMEDIO	

Para las muestras sin dilución, los cálculos se pueden determinar por esta fórmula:

$$\text{DQO (mgO}_2\text{/l)} = (\text{A}-\text{B}) \times \text{M} \times 8000/\text{ml de Muestra}$$

Dónde:

A = ml Sal de Mohr usados para el blanco.

B = ml Sal de Mohr usados para la muestra.

M = molaridad de Sal de Mohr.

Este método puede tener hasta un 5% de error.

12. Precisión y sesgo

Este método puede tener hasta un 5% de error.

13. Referencia

- Standard methods for the examination of water and waste water, publicado por la APHA, 1995.

Práctica I19.

“Oxígeno Disuelto. Método Electrométrico. Instrumento: LabQuest Vernier”

1. Introducción

El Oxígeno Disuelto (OD) es la cantidad de oxígeno que está disuelta en el agua. Es un indicador de cómo de contaminada está el agua o de lo bien que puede dar soporte esta agua a la vida vegetal y animal. Generalmente, un nivel más alto de oxígeno disuelto indica agua de mejor calidad. Si los niveles de oxígeno disuelto son demasiado bajos, algunos peces y otros organismos no pueden sobrevivir.

El oxígeno disuelto en el agua proviene del oxígeno en el aire que se ha disuelto en el agua, por lo que están muy influidos por las turbulencias del río (que aumentan el OD) o ríos sin velocidad (en los que baja el OD). Parte del oxígeno disuelto en el agua es el resultado de la fotosíntesis de las plantas acuáticas, por lo que ríos con muchas plantas en días de sol pueden presentar sobresaturación de OD. Otros factores como la salinidad, o la altitud (debido a que cambia la presión) también afectan los niveles de OD.

Además, la cantidad de oxígeno que puede disolverse en el agua (OD) depende de la temperatura. El agua más fría puede contener más oxígeno en ella que el agua más caliente.

Tabla I19-1: Porcentaje de saturación de DO

Nivel de DO	Porcentaje de Saturación de DO
Supersaturación	$\geq 101\%$
Excelente	90 – 100%
Adecuado	80 – 89%
Aceptable	60 – 79%
Pobre	<60%

2. Objetivo

- Determinar la concentración de oxígeno disuelto en muestras de agua
- Determinar el porcentaje de saturación
- Utilizar el electrodo de membrana de oxígeno disuelto

3. Alcance

Electrodos de membrana proporcionan un excelente método para el análisis de DO en aguas contaminadas, aguas altamente coloreadas, y fuertes efluentes residuales. El oxígeno disuelto se puede medir directamente en el sitio o en muestras de agua transportadas desde el sitio.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio la revisión de las condiciones óptimas del equipo y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis

5. Principio

La sonda de oxígeno disuelto es un electrodo del tipo Clark polarográfico que mide la concentración de oxígeno en agua y soluciones acuáticas. Un cátodo de platino y un ánodo de cloruro de plata separado por una membrana de plástico permeable llena de gas.

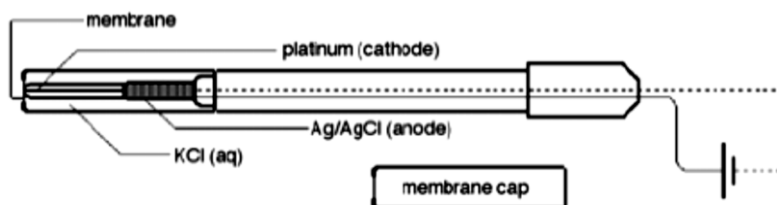
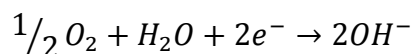
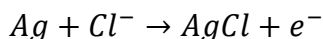


Figura I19-1: Sonda de Oxígeno Disuelto

Un voltaje fijo se aplica al electrodo de platino. Como el oxígeno se difunde por la membrana al cátodo, se reduce:



La oxidación se produce en el electrodo de referencia (ánodo)



Corriente se convierte en voltaje proporcional, que se amplifica y se lee por cualquier interfaz de Vernier.

6. Interferencias

- Las películas plásticas usadas en los sistemas de electrodo de membrana, son permeables a varios gases además del oxígeno, que no son fácilmente despolarizables.
- El uso prolongado de electrodos de membrana en aguas que contienen gases como el sulfuro de hidrógeno (H_2S), tiende a disminuir la sensibilidad de la celda. Esta interferencia se elimina mediante el cambio y la calibración frecuente del electrodo.

7. Equipos y materiales

- 2 vasos de precipitado 100 ml
- 1 pizeta
- Electrodo de membrana de oxígeno disuelto junto con su sustancia de calibración y la celda de medición
- LabQuest Vernier

8. Reactivos y soluciones

Tabla I19-2: Reactivos a utilizar en práctica I19

Reactivos	Fórmula	Peso Molecular	Concentración	Densidad (20°C)
Agua destilada	H ₂ O	18,01528 g/mol	-	1 g/cm ³

9. Acciones previas

9.1 Recolección de muestras

- Cuando se tomen muestras, es importante tomar la muestra debajo de la superficie del agua y tan lejos como se pueda de la orilla, mientras sea seguro. Se puede construir un toma muestras consistente en una barra con un contenedor para recolectar muestras de lugares más lejanos y difíciles de alcanzar. En aguas quietas (con movimiento lento), es necesario tomar las muestras debajo de la superficie del agua a varias profundidades.
- Cuando recolecta muestras con un recipiente o contenedor, evite la mezcla de la muestra de agua con el aire, tomando tu muestra de debajo de la superficie del agua.
- Si se hacen las lecturas después de retornar al laboratorio, asegúrate que no haya burbujas de aire en el contenedor de la muestra de agua y que el contenedor esté bien cerrado. Se deben almacenar las muestras en una caja con hielo o en un refrigerador hasta que se vayan a tomar las mediciones. El almacenar muestras de agua para hacer mediciones posteriores reduce la exactitud de las mediciones y solo es recomendable en los casos en que sea imposible hacer las mediciones en el sitio.
- Cuando se toman lecturas en agua fría (0–10°C) o caliente (25–35°C), deje pasar un tiempo mayor hasta observar que las lecturas de oxígeno disuelto se estabilizan. La compensación automática por temperatura en el Sensor de Oxígeno Disuelto no es instantánea y las lecturas pueden demorar hasta 2 minutos para estabilizarse en dependencia de la temperatura.

9.2 Preparación de equipo según tipo de agua

A continuación se ilustran los procedimientos recomendados:

1-Agua. Para muestras no contaminadas, donde no están presentes sustancias interferentes, calibrar en la solución de prueba o en agua destilada.

2-Agua salina. Calibrar directamente con muestras de agua de mar o con aguas que tengan una concentración constante de sal mayor de 1 000 mg/l.

3-Agua con sustancias contaminantes o interferentes. Calibrar con agua destilada, debido a que con la muestra se obtienen resultados erróneos.

4-Agua salina con sustancias contaminantes o interferentes. Calibrar con una muestra de agua libre de contaminantes que tenga el mismo contenido de sal que la muestra a ser analizada. A un volumen de agua destilada agregar una solución concentrada de cloruro de potasio (KCl) para producir la misma conductancia específica que en la muestra (ver el protocolo de Conductividad). Para aguas de océano contaminadas, calibrar con una muestra de agua marina no contaminada.

5-Agua estuarina con cantidades variables de sal. Calibrar con una muestra de agua marina no contaminada o agua destilada o del grifo. Determinar la concentración de cloruros o de

sales en la muestra y revisar la calibración para calcular los cambios de solubilidad del oxígeno en las aguas estuarinas.

10. Descripción del procedimiento

1. Prepare el sensor de oxígeno disuelto para su uso:
 - a) Retire la tapa protectora azul de la punta de la sonda. Esta tapa protectora puede ser descartada una vez que haya desembalado la sonda.
 - b) Desenrosque la tapa de la membrana de la punta de la sonda.

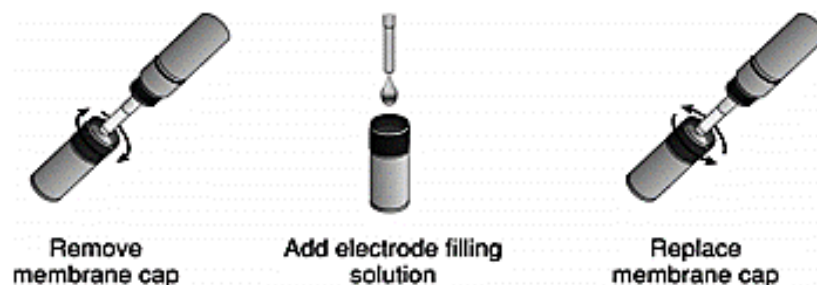


Figura I19-2: Preparación sonda de oxígeno disuelto

- c) Con una pipeta, llene la tapa de la membrana con 1 ml de la DO de solución de llenado de electrodo.
- d) Atornille cuidadosamente la tapa de la membrana de nuevo en el electrodo.
- e) Coloque la sonda en un vaso de precipitados lleno con aproximadamente 100 ml de agua destilada.
2. Conecte la sonda de oxígeno disuelto en el canal 1 de la interfaz de LabPro (el equipo Vernier) y arranque el software de DataPro (encienda el equipo). Pulse New dos veces. El programa reconocerá automáticamente la sonda de oxígeno disuelto.
3. Deje la sonda de oxígeno disuelto en el agua durante 10 minutos para que esta se caliente. Estando conectado empezará a interactuar con el programa de recolección de datos de corriente. Si se desconecta, será necesario calentarla de nuevo.
4. Prepare la sonda de oxígeno disuelto para la calibración. (VER SECCIÓN)
5. Para la recopilación de datos pulse MODE: TIME GRAPH.
 - Si estamos tomando datos puntuales de diferentes lugares SINGLE POINT. Pulse OK para volver a la pantalla principal.
 - Si estamos tomando datos durante un tiempo seleccione TIME GRAPH. Pulse SETTINGS: 1s 20 SAMPLE 20s y seleccione su intervalo de tiempo deseado. Pulse OK dos veces para volver a la pantalla principal.
 - Si usted está recogiendo datos con el sensor de oxígeno disuelto y con un segundo sensor pj, temperatura en incrementos discretos, seleccione SELECTED EVENTS. Y presione OK para volver a la pantalla inicial.
6. Reunir datos de la concentración de oxígeno disuelto.
 - a) Sitúe la punta del sensor en la muestra a medir. Suméjalo de 4-6 cm.
 - b) Suavemente agite el sensor en la muestra. Nota: es importante agitar la sonda en la muestra. Debe haber siempre agua fluyendo por el sensor cuando estamos tomando datos. Como la sonda mide concentración de oxígeno disuelto, la sonda elimina oxígeno de la muestra de agua.

Manual de laboratorio

- c) Pulse START para comenzar la adquisición de datos. Importante: tome por lo menos 5 mediciones por muestra.
7. Enjuague el electrodo con agua destilada entre mediciones.
 8. Cuando haya terminado de medir, enjuague y seque el electrodo. Apague el equipo y desconecte la sonda.

11. Cálculos y expresión de los resultados

Tipo de muestras: _____

Tabla I19-3: Recolección de datos de práctica I19

Lectura	Oxígeno disuelto (mg/l)	Temperatura de agua (°C)	Presión atmosférica (mmHg)	Oxígeno disuelto (mg/L) (por valores de presión y temperatura) [ver manual de equipo]	Por ciento de saturación (%)
Ejemplo	8.2 mg/l	18.4°C	760 mmHg	9.5 mg/l	86 %
1					
2					
3					
4					
5					

$$\text{Porcentaje de saturación} = \frac{A}{D} \times 100$$

Promedio %

12. Precisión del equipo

La sonda de oxígeno disuelto de utiliza para un rango: 0 a 15 mg/l (o ppm). Tiene una precisión de ± 0.2 mg/l. Resolución (con interfaz 12-bit): 0.007 mg/l. Tiempo de respuesta: 95% de la lectura en 30 segundos, 98% en 45 segundos. También una compensación de temperatura: automática de 5-35°C, compensación de presión: manual y compensación de salinidad: manual.

En caso de utilizar los valores de calibración por defecto: DO: mg/l

Pendiente = 3.27

Intersección = -0.327

13. Referencia

- <http://www.lenntech.es/por-que-es-importante-el-oxigeno-disuelto-en-el-agua.htm#ixzz37CkBCFH0>
- http://www.navarra.es/home_es/Temas/Medio+Ambiente/Agua/Documentacion/Parámetros/OxigenoDisuelto.htm
- http://www2.vernier.com/sample_labs/CMV-41-oxigeno_disuelto.pdf

Práctica I26

“Determinación de la Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO5)”

1. Introducción

La Demanda Bioquímica de Oxígeno es una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días y es una de las determinaciones más importantes en el control de la contaminación del agua, así como en estudios dirigidos a evaluar la capacidad de purificación de un cuerpo receptor. La Demanda Bioquímica de Oxígeno corresponde principalmente a la utilización por los microorganismos de tres tipos de materiales:

- Materiales orgánicos carbonados utilizados por microorganismos aeróbicos.
- Nitrógeno oxidable (NO_2 y NH_3) y otros compuestos nitrogenados utilizados específicamente por bacterias de los géneros nitrosomas y nitrobacter.
- Compuestos químicos reductores (ion ferroso, sulfitos y sulfuros)

La DBO en estudios de impacto ambiental es un indicador de la carga de contaminación orgánica del agua, generalmente los rangos de concentración varían de acuerdo al tipo de agua. En el agua potable se puede tener de 0.75 ppm a 1.50 ppm, en el agua contaminada contienen más de 5 ppm, las aguas negras municipales no tratadas se encuentran en un rango de 100 a 400 ppm y las aguas residuales industriales y agrícolas presentan de miles de ppm de DBO.

2. Objetivos

- Determinar la demanda bioquímica de oxígeno en aguas.

3. Alcance

Muestras de pH 6.5 a 7.5 y temperatura 20°C. Evitar las muestras que contienen cloro residual mediante el muestreo por delante de los procesos de cloración, muestras que contienen otros residuos industriales, muestras sobresaturadas con DO.

4. Responsabilidades

Es responsabilidad del técnico de laboratorio, la revisión de las condiciones óptimas del análisis, la preparación de los reactivos necesarios y la orientación del interesado durante el desarrollo del análisis.

5. Principio del método

El método consiste en llenar con muestra, hasta rebosar, una botella hermética del tamaño especificado y la incubación a la temperatura especificada durante 5 d. El oxígeno

Manual de laboratorio

disuelto se mide inicialmente y después de la incubación, y la DBO se calcula a partir de la diferencia entre la DO inicial y final. Debido a que la DO inicial se determinó poco después de que se haga la dilución, todo el consumo de oxígeno que ocurre después de esta medición se incluye en la medición de la DBO.

6. Interferencias

- El pH ácido o alcalino
- Cloro residual
- Los nitritos son la interferencia más común en las muestras de DBO5 incubadas.
- Sustancias inorgánicas y orgánicas reductoras

7. Equipo y materiales

- Botellas de incubación: sirve tener botellas de vidrio de 60 ml o mayor capacidad (botellas de 300 ml que tienen un tapón de vidrio esmerilado y una boca acampanada son preferidos). Botellas limpias con detergente, enjuague bien y escurra antes de su uso. Como medida de precaución contra el aire en la botella de dilución durante la incubación, utilice un sello de agua. Obtener sellos de agua satisfactorios mediante la inversión de las botellas en un baño de agua o mediante la adición de agua a la boca ensanchada de frascos de DBO especiales. Coloque un vaso de papel o de plástico o la tapa de aluminio sobre la boca acampanada de botella para reducir la evaporación del sello de agua durante la incubación.
- Incubadora de aire o baño de agua, la regulación a 20 ± 1 ° C. Excluir toda la luz para evitar la posibilidad de la producción fotosintética de oxígeno.
- LabQuest Vernier y sonda de OD
- Frascos Winkler (4)
- Pipetas (4)
- Bureta y soporte universal
- Probetas
- Matraces Erlenmeyer
- Balanza analítica
- Espátula
- Matraces aforados de 25 ml y 100 ml

8. Reactivos y soluciones

Tabla I26-1: Reactivos a utilizar en práctica I26

Nombre	Fórmula	PM	Densidad (20°C)	Frases R y S	Cantidad	Volumen de dilución
Fosfato monopotásico	KH_2PO_4	136.086 g/mol	2.338 g/cm ³	R37/39 S26, 27	0.2125 g	25 ml

Manual de laboratorio

Nombre	Fórmula	PM	Densidad (20°C)	Frases R y S	Cantidad	Volumen de dilución
Potasio fosfato dibásico anhidro	K_2HPO_4	174.18 g/mol	2.44 g/cm ³	-	0.54375 g	25 ml
Hierro (II) sulfato heptahidrato	$Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$	278.02 g/mol	1.89 g/cm ³	R: 22, 36/38 S22	0.835 g	25 ml
Cloruro Amónico	NH_4Cl	53.5 g/mol	1.52 g/cm ³	R: 22, 36 S22	0.1575 g	--
Sulfato de magnesio heptahidratado	$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	46.48 g/mol	1.678 g/cm ³	-	2.25 g	25 ml
Agua destilada	H_2O	18,01528 g/mol	1 g/cm ³	-----	-----	-----
Cloruro de Calcio	$CaCl_2$	110.99 g/mol	2.150 g/cm ³	R: 36 S: 2, 22, 24	0.6875 g	25 ml
Hierro (III) cloruro hexahidrato	$FeCl_3 \cdot 6H_2O$	270.32 g/mol	1.295 g/cm ³	R 22, 38, 41 S 26, 39	0.00625 g	25 ml
Ácido sulfúrico	H_2SO_4	98.08 g/mol	1.84 g/cm ³	R: 35 S: 1/2, 26, 30, 45	2.8 ml	100 ml
Hidróxido de sodio	$NaOH$	39.997 g/mol	2.10 g/cm ³	R: 35 S: 1/2, 37/39, 45, 50, 37/7/8/9 S18 S 24/25 S27	4.0 g	100 ml
Sulfito de Sodio	Na_2SO_3	126.04 g/mol	2.633 g/cm ³	R31	-	-
2-cloro-6-(triclorometilo) piridina	$C_6H_3Cl_4N$	230.9 g/mol		R:22, 51/53 S:2, 24, 61	-	-
glucosa	$C_6H_{12}O_6$	180.16 g/mol	1.012 g/cm ³	R 36/37/38 S 26, 36	0.015 g	100 ml
ácido glutámico	$C_5H_9NO_4$	147.13 g/mol	1.54 g/cm ³	R 41 S 26, 39	0.15	100 ml

9. Acciones previas

Las muestras para análisis de DBO se pueden degradar significativamente durante el almacenamiento entre la recolección y el análisis, lo que resulta en bajos valores de DBO. Minimizar la reducción de DBO mediante el pronto análisis de la muestra o por enfriamiento a temperatura cercana a la de congelación durante el almacenamiento. Sin embargo, incluso a baja temperatura, mantener tiempo de mantenimiento a un mínimo. Muestras caliente enfriada a 20 ± 3 ° C antes del análisis

- 1) Análisis de muestras al azar: Si se comienza el análisis dentro de 2 h de la recogida, almacenamiento en frío es innecesaria. Si el análisis no se inicia dentro de 2 h de la recogida de muestras, mantenga muestra a o por debajo de 4 ° C desde el momento de la recolección. Comience el análisis dentro de las 6 h de la colección; cuando esto no es posible porque el sitio de muestreo está distante del laboratorio, almacenar a o por debajo de 4 ° C y reportar la duración y la temperatura de almacenamiento con los resultados. En ningún caso el análisis de inicio debe pasar de más de 24 horas después de la recogida de muestras. Cuando las muestras se van a utilizar con fines reglamentarios hacer todo lo posible para entregar las muestras para el análisis dentro de las 6 h de la recolección.
- 2) Muestras compuestas: Mantenga las muestras iguales o inferiores a 4 ° C durante la composición. Límite de composición es un período de 24 h. Usar los mismos criterios que para el almacenamiento de muestras al azar, a partir de la medición del tiempo de mantenimiento de fin del período de composición. El estado de tiempo de almacenamiento y las condiciones son parte de los resultados.

10. Procedimiento

10.1 Preparación de reactivos

Preparar reactivos de antelación, pero descartar si hay algún signo de la precipitación o el crecimiento biológico en las botellas de valores. Equivalentes comerciales de estos reactivos son las concentraciones de valores aceptables y diferentes se puede utilizar si las dosis se ajustan proporcionalmente.

- a) Solución buffer de fosfato: Disolver 0.2125 g KH_2PO_4 , 0.54375 g K_2HPO_4 , 0.835 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, y 0.04250 g de NH_4Cl en aproximadamente 12.5 ml de agua destilada y diluir a 100 ml. El pH debe ser 7.2 sin ajuste adicional. Alternativamente, se disuelven 1.0625 g KH_2PO_4 o 1.3575 g K_2HPO_4 en aproximadamente 17.5 ml de agua destilada. Ajustar el pH a 7.2 con NaOH al 30% y diluir a 25 ml.
- b) Solución de sulfato de magnesio: Disolver 0.5625 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluir a 25 ml.
- c) Solución de cloruro de calcio: Disolver 0.6875 g de CaCl_2 en agua destilada y diluir a 25 ml.

- d) Solución de cloruro férrico: Disolver 0.00625 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluir a 25 ml.
- e) Soluciones ácidas y alcalinas, 1N: para la neutralización de muestras de residuos cáusticos o ácidos.
 - 1) Ácida: Lentamente y mientras se agita, añadir 2.8 ml de ácido sulfúrico concentrado en agua destilada. Diluir a 100 ml.
 - 2) Alcalina: Disolver 4.0 g de hidróxido de sodio en agua destilada. Diluir a 100 ml.
- f) Solución de sulfito de sodio: Disuelva 0.1575 g de Na_2SO_3 en 100 ml de agua destilada. Esta solución no es estable; preparar diaria.
- g) Inhibidor de la nitrificación, 2-cloro-6-(triclorometilo) piridina.
- h) Solución de glucosa-ácido glutámico: Secar la glucosa de grado reactivo y el ácido glutámico de grado reactivo a 103°C durante 1 h. Añadir 0.015 g de ácido glutámico y 0.015 g de glucosa en agua destilada y diluir a 100 ml. Preparar fresco inmediatamente antes de su uso.
- i) Solución de cloruro de amonio: Disolver 0.115 g de NH_4Cl en aproximadamente 50 ml de agua destilada, ajustar el pH a 7.2 con solución de NaOH , y diluir a 100 ml. La solución contiene 0.3 mg N / ml.
- j) El agua de dilución: Uso desmineralizada, destilada, del grifo o agua natural para hacer diluciones de la muestra.

10.2 Determinación

- a) Preparación de agua de dilución: Colocar volumen deseado de agua (10.1 J) en una botella adecuada y se añade 2 gotas cada uno, de buffer de fosfato, MgSO_4 , CaCl_2 , FeCl_3 y soluciones / 100 ml de agua. Semilla de agua de dilución, si se desea, como se describe en 10.2 D. Prueba de agua de dilución como se describe en 10.2 H para que el agua de calidad garantizada siempre está a la mano. Antes de su uso traerá dilución del agua a temperatura $20 \pm 3^\circ\text{C}$. Saturar con DO agitando en una botella parcialmente llena o aireando con aire filtrado-orgánico libre. Alternativamente, almacenar en botellas de tapadas de algodón el tiempo suficiente para que el agua se sature con DO. Proteger la calidad del agua mediante el uso de vidrios, tubos y botellas limpias.
- b) Almacenamiento de agua de dilución: el agua de origen (10.1 j) se puede almacenar antes de su uso, siempre y cuando el agua de dilución preparada cumpla con los criterios de control de calidad en el agua de dilución en blanco (10.2 H). Este almacenamiento puede mejorar la calidad de algunas aguas de origen, pero puede permitir el crecimiento biológico para causar deterioro en otros. Preferiblemente no almacene agua de dilución preparada por más de 24 h después de la adición de nutrientes, minerales, y buffer a menos que se verifique constantemente que agua de dilución reúne los límites de control de calidad. Deseche las fuentes de agua

almacenado en blanco si el agua de dilución muestra más de 0.2 mg/l DO de agotamiento en 5 d.

- c) Verificación de glucosa-ácido glutámico: Debido a que la prueba de DBO es un bioensayo sus resultados pueden ser influenciados en gran medida por la presencia de sustancias tóxicas o mediante el uso de un material de siembra pobre. Aguas destiladas con frecuencia están contaminados con cobre; algunas semillas de aguas residuales son relativamente inactivos. Bajos resultados se obtienen siempre con tales semillas y aguas. Comprobar periódicamente la calidad de la dilución en agua, la eficacia de la semilla, y la técnica analítica mediante mediciones de DBO en una mezcla de 0.015 g de glucosa/100 ml y 0.015 g de ácido glutámico/100 ml como una solución de verificación "estándar". La glucosa tiene una tasa excepcionalmente alta y variable de oxidación pero cuando se utiliza con el ácido glutámico, la tasa de oxidación se estabiliza y es similar a la obtenida con muchos residuos municipales. Alternativamente, si un agua residual particular contiene un constituyente importante identificable que contribuye a la DBO, utilizar este compuesto en lugar de la glucosa-ácido glutámico. Determinar el DBO5-d 20 ° C de una dilución 2% de la solución de verificación estándar de glucosa-ácido glutámico utilizando las técnicas descritas en 10.2 d-j. Ajuste concentraciones de mezclas comerciales para dar 3 mg /l de glucosa y 3 mg/l de ácido glutámico en cada botella de prueba GGA. Evaluar los datos tal como se describe en el 12, Precisión y sesgo.

- d) Siembra:

1) fuente de semilla: es necesario tener presente una población de microorganismos capaces de oxidar la materia orgánica biodegradable en la muestra. Las aguas residuales domésticas, los efluentes no clorados o no desinfectados de plantas de tratamiento de residuos biológicos y las aguas superficiales que reciben descargas de aguas residuales contienen poblaciones microbianas satisfactorias. Algunas muestras no contienen una población microbiana suficiente (por ejemplo, algunos residuos industriales no tratados, desechos desinfectados, residuos de alta temperatura, o desechos con valores extremos de pH). Para tales desechos hay que sembrar el agua de dilución o muestra mediante la adición de una población de microorganismos. La semilla preferida es efluente o mezcla de licor de un sistema de tratamiento biológico procesamiento de los residuos. Cuando esa semilla no está disponible, utilice el sobrenadante de las aguas residuales domésticas después de asentarse a temperatura ambiente durante al menos 1 h pero no más de 36 h. Cuando se utiliza de efluentes o licor mixto a partir de un proceso de tratamiento biológico, se recomienda la inhibición de la nitrificación. Algunas muestras pueden contener materiales no degradados en las tarifas normales por los microorganismos presentes en las aguas residuales domésticas decantadas. Tales muestras de semillas con una población microbiana adaptada obtenida a partir del efluente o licor mixto no desinfectada de un proceso biológico tratamiento de los residuos. En ausencia de este tipo de instalaciones, obtener semilla de las aguas receptoras por debajo (preferiblemente de 3 a 8 km) del punto de descarga. Cuando dichas fuentes de semillas también no están disponibles, el desarrollo de una semilla adaptada en el laboratorio aireando continuamente una muestra de aguas residuales domésticas decantadas y añadiendo pequeños incrementos diarios de residuos. Utilizar

opcionalmente una suspensión de suelo o lodos activados, o una preparación comercial de semillas para obtener la población microbiana inicial. Determinar la existencia de una población satisfactoria la verificación del rendimiento de la semilla en las pruebas de DBO en la muestra. Valores de DBO que aumentan con el tiempo de la adaptación a un valor alto constante para indicar el éxito de la adaptación de semillas.

2) Control de la Semilla: Determinar la DBO del material de siembra, como para cualquier otra muestra. Este es el control de la semilla. Desde el valor del control de semillas y un conocimiento de la dilución de material de siembra (en el agua de dilución) determinar la captación de DO de semillas. Idealmente, hacer diluciones de la semilla tal que los mayores resultados de cantidad de DO no agotado en al menos el 50%. Una gráfica de agotamiento del DO, en miligramos por litro, frente mililitros de semillas para todas las botellas que tienen un 2 mg/l de agotamiento y un 1.0 mg/l de DO mínimo residual debería presentar una línea recta para la que la pendiente indica el agotamiento del DO por mililitro de semilla. La intersección del eje DO agotamiento del oxígeno es causado por el agua de dilución y debe ser inferior a 0.1 mg /l (10.2h). Alternativamente, dividir el agotamiento de DO por volumen de semilla en mililitros por cada botella de control de semillas que tiene un 2 mg/l agotamiento de y 1.0 mg/l DO residual. La media de los resultados de todas las botellas que cumplan agotamiento mínimos y criterios de OD residuales. La absorción DO atribuible a la semilla añadida a cada botella debe estar entre 0.6 y 1.0 mg /l, pero la cantidad de semilla añadida debería ajustarse a este rango que es el que se requiere para proporcionar resultados de la comprobación de glucosa-ácido glutámico en el intervalo de 198 ± 30.5 mg/l. Para determinar DO absorción por una botella de prueba, restar DO absorción atribuibles a la semilla de captación total DO. Las técnicas para la adición de material de siembra de agua de dilución se describen dos métodos de dilución de la muestra (10.2 f).

e) Tratamiento previo de la muestra: Verificar el pH de todas las muestras antes de la prueba a menos que la experiencia previa indica que el pH está dentro del rango aceptable.

1) Las muestras que contienen la alcalinidad cáustica ($\text{pH} > 8.5$) o la acidez ($\text{pH} < 6.0$) : Neutralice muestras a pH 6.5 a 7.5 con una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) o hidróxido de sodio (NaOH) de tal fuerza que la cantidad de reactivo no diluya la muestra en más de un 0,5%. El pH del agua de dilución no debe verse afectado por la dilución de la muestra más baja. Siempre las muestras de semillas han ajustado el pH.

2) Las muestras que contienen compuestos de cloro residual: Si es posible, evitar las muestras que contienen cloro residual mediante el muestreo por delante de los procesos de cloración. Si la muestra ha sido clorada pero no hay cloro residual detectable, sembrar el agua de dilución. Si el cloro residual está presente, desclore la muestra y siembre del agua de dilución (10.2 f). No pruebe muestras cloradas / desclorados sin sembrar el agua de dilución. En algunas muestras de cloro se disipa dentro de 1 a 2 horas estando en la luz. Esto ocurre a menudo durante el transporte y manipulación de muestras. Para las muestras en las que el cloro residual no se disipa en un tiempo razonablemente corto, destruir cloro residual mediante la adición de solución de Na_2SO_3 . Determinar el volumen requerido de solución de Na_2SO_3 en un 100 a 1000 ml alícuota de la muestra neutralizada mediante la adición de 10 ml de 1 + 1 ácido acético o 1 + 50 H_2SO_4 , 10 ml solución de yoduro de potasio (KI) (10 g / 100 ml) por porción

Manual de laboratorio

1000 ml, y titulando con una solución de Na_2SO_3 hasta el punto final de almidón-yodo para residual. Añadir a la muestra neutralizada el volumen relativo de solución de Na_2SO_3 determinado por la prueba anterior, mezclar, y después de 10 a 20 min de verificación de la muestra para el cloro residual. (NOTA: El exceso de Na_2SO_3 ejerce una demanda de oxígeno y reacciona lentamente con ciertos compuestos de cloramina orgánicos que pueden estar presentes en las muestras cloradas.)

3) Las muestras que contienen otros residuos industriales: Ciertas sustancias tóxicas, por ejemplo, residuos del enchapado contienen metales tóxicos. Tales muestras a menudo requieren estudio y tratamiento especial.

4) Muestras sobresaturadas con DO: muestras con más de 9 mg OD /l a 20 ° C puede ser encontradas en aguas frías o en el agua donde se produce la fotosíntesis. Para evitar la pérdida de oxígeno durante la incubación de tales muestras, reducir la DO a la saturación a 20 ° C llevando a la muestra a aproximadamente 20 ° C en la botella parcialmente llena mientras se agita vigorosamente o aireando con aire limpio, comprimido filtrado.

5) Temperatura de la muestra de ajuste: Lleve las muestras a 20 ± 1 ° C antes de hacer diluciones.

6) Inhibición de la nitrificación: Si se desea la inhibición de la nitrificación añadir 3 mg de 2-cloro-6-(triclora metil) piridina (TCMP) a cada botella de 300 ml antes de límite o añadir cantidades suficientes para el agua de dilución para hacer una concentración final de 10 mg/l. (NOTA: TCMP puro se puede disolver lentamente y puede flotar en la superficie de la muestra. Algunas formulaciones comerciales pueden disolverse más fácilmente pero no son 100% TCMP; ajustar la dosis en consecuencia.). Las muestras que pueden requerir la inhibición de la nitrificación incluyen, pero no están limitados a, biológicamente efluentes tratados, muestras sembradas con efluentes tratados biológicamente, y las aguas de los ríos. Observe el uso de la inhibición de nitrógeno en los resultados de informes.

- f) Técnica de dilución: hacer varias diluciones de la muestra que se traducirá en un OD residual de al menos 1 mg /l y una absorción de OD de al menos 2 mg /l después de una incubación de 5 días. Se recomiendan cinco diluciones menos que la experiencia con una muestra particular demuestran que el uso de un menor número de diluciones produce por lo menos dos botellas dando mínimo aceptable de agotamiento de OD y límites residuales. Preparar diluciones ya sea en cilindros graduados o cristalería volumétrica, y luego se transfieren a frascos de DBO o preparar directamente en frascos de DBO. Cualquiera de los métodos de dilución se puede combinar con cualquier técnica de medición de OD. El número de botellas que se prepararán para cada dilución depende de la técnica de la OD y el número de repeticiones deseadas.

Al utilizar cilindros graduados o matraces aforados para preparar diluciones, y cuando la siembra es necesario, agregar las semillas, ya sea directamente en el agua de dilución o de cilindros individuales o frascos antes de la dilución. Siembra de cilindros o frascos individuales evita una proporción cada vez menor de la semilla a la muestra cómo se hacen diluciones crecientes. Cuando diluciones se preparan directamente en frascos de DBO y cuando es necesaria la siembra, añadir las semillas directamente al agua de dilución o directamente a los frascos de DBO. Cuando una botella contiene más del 67% de la muestra después de la dilución, los nutrientes pueden ser limitados en la muestra diluida y, posteriormente, reducir la actividad biológica. En estas muestras,

añadir el nutriente, mineral, y soluciones tampón directamente a frascos de DBO individuales a una proporción de 1 ml / l (0,33 ml botella / 300 ml) o utilizar soluciones preparadas comercialmente diseñadas para dosificar la tamaño de la botella apropiado.

Las diluciones preparadas en cilindros graduados o matraces aforados: Si la modificación azida de la titulación yodométrica método se utiliza, pasar cuidadosamente el agua de dilución, siembra si es necesario, en un matraz de 1 a 2 L de capacidad o cilindro. Llene la mitad completa sin la entrada de aire. Añadir la cantidad deseada de muestra, mezclar cuidadosamente y se diluir hasta el nivel adecuado con agua de dilución. Mezclar bien; evitar la entrada de aire. Separar dilución mezclada en dos frascos de DBO. Determinar el OD inicial en una de estas botellas. Tapar el segundo frasco herméticamente, con sello de agua, y se incuba durante 5 días a 20 ° C. Si el método de electrodo de membrana se utiliza para la medición de OD, pasar la mezcla de dilución en una botella de DBO. Determinar el OD inicial en esta botella y reemplace cualquier contenido desplazado con dilución de la muestra para llenar la botella. Tapar herméticamente, con sello de agua, y se incuba durante 5 días a 20 ° C.

Las diluciones preparadas directamente en botellas: Usando una pipeta volumétrica de DBO-punta ancha, añadir el volumen de muestra deseado a frascos de DBO individuales de capacidad conocida. Añadir cantidades apropiadas de material de siembra ya sea para los frascos de DBO individuales o para el agua de dilución. Llenar botellas con suficiente agua de dilución, sembradas si es necesario, de modo que la inserción del tapón desplazará todo el aire, sin dejar burbujas. Para diluciones superiores a 1: 100 crea una dilución primaria en un cilindro graduado antes de hacer la dilución final en la botella. Al utilizar métodos de titulación yodométricos para la medición de OD, preparar dos botellas en cada dilución. Determinar el OD inicial en una botella.

Tapar segundo frasco herméticamente, con sello de agua, y se incuba durante 5 días a 20 ° C. Si el método de electrodo de membrana se utiliza para la medición de OD, preparar sólo una botella de DBO para cada dilución. Determinar el OD inicial en esta botella y reemplace cualquier contenido desplazadas con agua de dilución para llenar la botella.

Tapar herméticamente, con sello de agua, y se incuba durante 5 días a 20 ° C. Enjuague DO electrodo entre las determinaciones para prevenir la contaminación cruzada de las muestras.

Utilice la modificación azida del método yodométrico o el método de electrodo de membrana para determinar el OD inicial en todas las diluciones de muestras, controles con agua de dilución, y donde, controles de semillas adecuadas. Si se utiliza el método de electrodo de membrana, se recomienda la modificación del método de azida yodométrica para calibrar el sensor de oxígeno.

- g) Determinación del OD inicial: Si la muestra contiene materiales que reaccionan rápidamente con DO, determinar el OD inicial inmediatamente después de llenar la botella de DBO con muestra diluida. Si rápida absorción de OD inicial es insignificante, el período de tiempo entre la preparación de la dilución y medición de OD inicial no es crítica, pero no debe exceder de 30 min.
- h) Blanco de agua de dilución: Utilice un blanco de agua de dilución, como una verificación en bruto de la calidad de agua de dilución no sembrada y la limpieza de

Manual de laboratorio

botellas de incubación. Junto con cada lote de muestras de incubar, una botella de agua de dilución no sembrada. Determinar el OD inicial y final como en 10.2 g y j. La captación OD no debe contener más de 0.2 mg /l y preferiblemente no más de 0.1 mg /l. Deseche todo el agua de dilución que tiene una OD captación superior a 0.2 mg /l y, o bien eliminar la fuente de contaminación o seleccionar una fuente de agua de dilución alternativo.

- i) Incubación: Se incuba a $20^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ} \text{C}$ botellas de DBO que contienen diluciones deseadas, controles de semillas, controles con agua de dilución, y controles de glucosa-ácido glutámico. Botellas con sello de agua, como se describe en el 10.2 f.
- j) Determinación de la DO definitiva: Después de 5 d de incubación determinar DO en diluciones de muestras, espacios en blanco, y los cheques como en 10.2 g.

11. Cálculos

Por cada botella que reúnen prueba el 2.0 mg /l OD mínimo agotamiento y el 1.0 mg /l DO residual, calcular DBO₅ de la siguiente manera:

Cuando el agua de dilución no se siembra:

$$DBO_5 = \frac{D_1 - D_2}{P} = \frac{mg}{l}$$

Cuando el agua de dilución es sembrados:

$$DBO_5 = \frac{B_1 - B_2}{P} = \frac{mg}{l}$$

Dónde:

D1 = OD de muestra diluida inmediatamente después de la preparación, mg /l,

D2 = OD de muestra diluida después de 5 d de incubación a 20°C , mg /l,

P = fracción volumétrica decimal de muestra utilizada,

B1 = OD del control de las semillas antes de la incubación, mg /l (10.2d),

B2 = OD del control de las semillas después de la incubación mg /l (10.2d), y

f = coeficiente de semilla en la muestra diluida a las semillas en el control de semillas = (semilla% en la muestra diluida) / (semilla% en el control de las semillas).

Si se añade material de siembra directa para probar o para sembrar botellas de control:

f = (volumen de las semillas en la muestra diluida) / (volumen de la semilla en el control de semillas)

Reporte los resultados como CBOD₅ si la nitrificación se inhibe. Si más de una dilución de la muestra cumple los criterios de una OD residual de al menos 1

mg/l y un agotamiento OD de al menos 2 mg /l y no hay evidencia de toxicidad a concentraciones más altas de la muestra o la existencia de una anomalía evidente, resultados promedio en el rango aceptable.

En estos cálculos, no hacer las correcciones para la captación de OD por el blanco de agua de dilución durante la incubación. Esta corrección es necesaria si el agua de dilución cumple con los criterios estipulados en blanco arriba. Si el agua de dilución no cumple con estos criterios, las correcciones adecuadas son difíciles; no registrar los resultados o, como mínimo, marcarlos como no cumplir con los criterios de control de calidad.

11. Precisión y sesgo

No hay ninguna medición para establecer el sesgo del procedimiento BOD. Debido a muchos factores que afectan a las pruebas de DBO en los estudios de varios laboratorios y la variabilidad extrema que se obtiene en los resultados de la prueba, una desviación estándar, según lo determinado por las pruebas interlaboratorios, se recomienda como límite de control para los laboratorios individuales.

12. Referencia.

- <http://www.lenntech.es/por-que-es-importante-el-oxigeno-disuelto-en-el-agua.htm#ixzz37CkBCFH0>
- http://www.navarra.es/home_es/Temas/Medio+Ambiente/Agua/Documentacion/Par ametros/OxigenoDisuelto.htm
- http://www2.vernier.com/sample_labs/CMV-41-oxigeno_disuelto.pdf

BUENAS PRÁCTICAS DENTRO DEL LABORATORIO

Hábitos Personales

Las personas que se dediquen al trabajo en el laboratorio deberán seguir una serie de precauciones que contribuyan a mantener la seguridad a nivel personal y grupal:

- Utilizar el equipo de seguridad correspondiente: gabachas, gafas de seguridad (en especial cuando se manipulen productos químicos o líquidos en ebullición), guantes de látex y mascarillas.
- Mantener las gabachas de abrochadas en todo momento.
- Las gabachas no deberán llevarse a lugares de uso común: bibliotecas, cafeterías, comedores, etc.
- No abandonar objetos personales en mesas de trabajo.
- No usar tacones, sandalias o zapatos despuntados, de preferencia zapatos cerrados.
- No usar pantalones cortos, vestidos o faldas.
- No comer ni beber en los laboratorios.
- No guardar alimentos ni bebidas en los frigoríficos del laboratorio.
- No fumar en el laboratorio.
- No utilizar lentes de contacto en el laboratorio.
- No es aconsejable guardar la ropa de calle en el laboratorio.
- Lavarse las manos al llegar al laboratorio, antes de abandonar el laboratorio, al quitarse unos guantes protectores y siempre que se haya estado en contacto con material irritante, cáustico, tóxico o infeccioso.

Hábitos de Trabajo

Se deben tener en cuenta las siguientes recomendaciones:

- Antes de empezar y al finalizar su trabajo, debe lavar la cristalería a utilizar. Una vez terminado, enjuague con agua destilada y seque con paño limpio.
- No manipular un producto químico sin conocer sus características físico-químicas y toxicológicas.
- Deberán conocerse como mínimo las frases R y S de los productos, incluidos en la etiqueta del envase.
- Exigir las fichas de datos de seguridad.
- No llenar los tubos de ensayo más de dos o tres centímetros.
- Calentar los tubos de ensayo de lado y utilizando pinzas.
- No llevar tubos de ensayo ni productos en los bolsillos de las gabachas.
- Utilizar en todo momento gradillas y soportes.

- Transportar los productos en bandejas o recipientes para evitar derrames en caso de roturas.
- No tocar con las manos ni probar los productos químicos.
- No trabajar separado de la mesa.
- No efectuar pipeteos con la boca.
- Asegurarse del enfriamiento de los materiales antes de aplicar directamente las manos para cogerlos.
- Los mecheros no deberán dejarse encendidos sin vigilancia.
- Utilizar la cámara de extracción de gases para reactivos que liberen gases tóxicos. (por ejemplo: ácidos)
- Al terminar el trabajo, asegurarse de la desconexión de aparatos, agua, gases, etc.
- Al finalizar una tarea u operación, recoger materiales, reactivos, equipos, etc., evitando las acumulaciones innecesarias.
- Usar y almacenar productos inflamables en las cantidades imprescindibles

NORMAS Y PROCEDIMIENTO DE PESADA EN EL LABORATORIO

La balanza analítica

La balanza analítica tiene una capacidad máxima comprendida en general entre 120-200 g. La exactitud o la fiabilidad de los resultados de pesada están muy relacionados con su emplazamiento y por esto se ha de colocar en un lugar:

- a) Con muy pocas vibraciones.
- b) Sin corrientes de aire.
- c) Con una temperatura ambiente y humedad lo más constantes posible.

Normas de utilización de una balanza analítica

Antes de empezar se ha de asegurar que la balanza esté bien nivelada (la mayoría de las balanzas tienen una burbuja de aire que permite comprobar su nivel). Es necesario verificar que la balanza señale exactamente el cero; en caso de no ser así, hay que calibrarla nuevamente.

Para efectuar la pesada hay que tener en cuenta:

- No pesar las sustancias directamente sobre el plato de la balanza.

Manual de laboratorio

- Utilizar un recipiente limpio y seco: un vidrio de reloj o un recipiente lo más pequeño posible.
- El recipiente y la carga que se han de pesar tienen que estar a la misma temperatura que el entorno.
- Colocar el material que se quiere pesar en el centro del plato de la balanza.
- Al acabar el proceso de medida, retirar la carga del plato de la balanza.
- Las balanzas analíticas están encerradas en vidrio transparente o cajas de plástico para evitar la interrupción de las corrientes de aire, así que asegurarse de que la puerta esté cerrada al tomar una medición.
- Usar guantes para evitar poner huellas digitales en el cristal, las balanzas analíticas son lo suficientemente sensibles como para pesar los aceites a partir de una huella digital.
- Al pesar materiales que se han secado en un secador, medir cada muestra en el mismo intervalo de tiempo después de extraerlo del desecador.

Procedimiento

- Abrir la puerta de vidrio y colocar el recipiente. Cerrar la puerta.
- Se pesa el recipiente limpio y seco que ha de contener a la muestra (también se puede utilizar una pieza de papel)
- Pulsa el “botón de tara” para restablecer la escala a cero e ignorar eficazmente el peso del papel o vaso
- Se retira el recipiente de la balanza y una vez fuera se añade la sustancia que se quiere pesar con una espátula, si es un sólido, o se adiciona con una pipeta, si es un líquido. Siempre se debe retirar el recipiente del plato de la balanza para adicionar el producto, para evitar que se caiga un poco sobre el plato y deteriore a la balanza.
- El recipiente con la muestra se vuelve a colocar en el centro del plato de la balanza, se cierra la puerta de vidrio y se efectúa la lectura de pesada. Hay que anotar el peso exacto, indicando todas las cifras decimales que dé la balanza utilizada. Después de pesar se ha de descargar la balanza (botón de tara), es decir ponerla a cero (a menos que las indicaciones del fabricante aconsejen otra cosa).
- La cámara de pesada y el plato de la balanza se deben dejar perfectamente limpios.
- Entre dos pesadas independientes hay que lavar la espátula con el disolvente adecuado, en general agua destilada y secarla.

Gestión de los residuos y desechos peligrosos generados durante los análisis de parámetros fisicoquímicos en agua en el Laboratorio de Ingeniería Química.

En el área de prácticas de laboratorio se ha venido almacenando inadecuadamente desde hace mucho tiempo una enorme cantidad de desechos, originados tanto en prácticas de laboratorio como en trabajos de graduación, por lo tanto representa un riesgo para todas las personas que interactúan en las instalaciones de los laboratorios, en ella se ha podido constatar de sustancias como ácidos, bases, aceites vegetales, sales solubles e insolubles, benceno, sales de metales pesados, etc. La mayoría de los envases no tiene una viñeta en la cual especifique el nombre del reactivo o sustancia presente, la concentración, la fecha en que fue producido, la persona que lo produjo, la materia por la cual fue necesaria su producción.

Los desechos y residuos que se puedan generar durante los análisis de parámetros fisicoquímicos de agua que se enlistan en el manual de prácticas de laboratorio se pueden manejar según la recomendaciones hechas en el trabajo de graduación titulado “Gestión de los residuos y desechos peligrosos generados en prácticas de Laboratorio de Química Inorgánica y Química Analítica de la escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos”, el cual fue elaborado en el año 2010, en donde se dan recomendaciones concretas sobre la el manejo de sustancias generadas en la planta piloto. Parte de esta investigación se lee a continuación:

La caracterización, selección e identificación de los desechos es básica en el programa de gestión, para evitar riesgos debidos a una manipulación, transporte o almacenamiento inadecuado. Asimismo, facilita el tratamiento que debe efectuarse para su eliminación. Todos los desechos se agrupan en 7 grupos los cuales son los siguientes (Manual de Gestión de Residuos y Seguridad en Laboratorios Ambientales LEIA Centro de Desarrollo Tecnológico, Noviembre 2008):

Clasificación general de los tipos de desechos generados en los laboratorios químicos.

1. Clasificación de los desechos.

GRUPO I: Disolventes halogenados.

Se entiende por tales, los productos líquidos orgánicos que contienen más del 2% de algún halógeno. Se trata de productos muy tóxicos e irritantes y, en algún caso, cancerígenos. Se incluyen en este grupo también las mezclas de disolventes halogenados y no halogenados, siempre que el contenido en halógenos de la mezcla sea superior al 2%. Ejemplos: Cloruro de metileno, bromo formo etc.

Manual de laboratorio

Tabla 1. Clasificación disolventes halogenados.

FAMILIA DISOLVENTE	DISOLVENTES ESPECÍFICOS
Hidrocarburos Alifáticos	Cloroformo, cloruro de metileno, tricloroetileno, tetracloruro de carbono, triclorotrifluoretano, bromometano, iodometano.
Hidrocarburos Aromáticos	Clorobenceno, diclorobenceno, diclorofeno, bromotolueno, bromobutano, clorotolueno hexafluorobenceno, iodobenceno.
Alcoholes Halogenados	Tricloroetanol, cloropropanol, cloropropanoldiol, alcohol clorobencilico, flouroetanol.
Aminas Halogenadas	Bromoanilina, clorobencilamina, iodoanilina, dicloroanilina, tricloroanilina.
Esteres Halogenados	Bromoacetatos, cloroacetatos, cloropropianatos, cloroformiatos.
Amidas Halogenadas	Bromoacetanilida, cloroacetamida, ácido ortoiodohipurico.

GRUPO II: DISOLVENTES NO HALOGENADOS.

Se clasifican aquí los líquidos orgánicos inflamables que contengan menos de un 2% en halógenos. Son productos inflamables y tóxicos y, entre ellos, se pueden citar los alcoholes, aldehídos, amidas, cetonas, ésteres, glicoles, hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos y nitrilos. Es importante, dentro de este grupo, evitar mezclas de disolventes que sean inmiscibles ya que la aparición de fases diferentes dificulta el tratamiento.

Tabla 2. Clasificación disolventes no halogenados

FAMILIA DE DISOLVENTES	DISOLVENTES ESPECIFICOS
Hidrocarburos cíclicos	Ciclohexano, metilciclohexano
Derivados de Hidrocarburos alifáticos	Pentano, hexano, decano, dimetilformamida, (DMF), acetonitrilo.
Hidrocarburos Aromaticos	Benceno, tolueno, xileno, estireno, cumeno.
Alcoholes	Metanol, etanol, isopropanol, botanol, alcohol amílico, alcohol alílico, etilenglicoles, polialcoholes.
Cetonas	Acetona, metilbutilcetona, propanona, ciclohexilbutilcetona, cetonas aromáticas
Esteres	Acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de butilo, acetato de amilo, lauratos, succinatos, glutaratos, acrilatos.
Aminas alifáticas	Butilamina, metilamina, trietilamina
Resinas no Halogenadas	-
Aminas Aromáticas	Anilina, toluidina, fenilendiamina, nitroanilina, cloroanilina, metilanilina, fenilpiperacina.
Hidrocarburos aromáticos policíclicos	Antraceno, bifenilo, naftaleno, fluoreno, indeno, pireno
Compuestos sulfurados	Tiofenol, etilmercaptano, etanotiol, sulfuro de diatilo, sulfuro de dimetilo, difenilo disulfuro.

Manual de laboratorio

GRUPO III: DISOLUCIONES ACUOSAS.

Este grupo corresponde a las soluciones acuosas de productos orgánicos e inorgánicos. Se trata de un grupo muy amplio y por eso es necesario establecer subdivisiones, tal como se indica a continuación. Estas subdivisiones son necesarias, ya sea para evitar reacciones de incompatibilidad o por requerimiento de su tratamiento posterior: Soluciones acuosas inorgánicas: Soluciones acuosas básicas: Hidróxido sódico, hidróxido potásico. Soluciones acuosas de metales pesados: Níquel, plata, cadmio, selenio. Soluciones acuosas de cromo VI. Otras soluciones acuosas inorgánicas: sulfatos, fosfatos, cloruros. Soluciones acuosas orgánicas o de alta DQO: Soluciones acuosas de colorantes. Soluciones de fijadores orgánicos: Formol, fenol, glutaraldehído. Mezclas agua/disolvente: Efluentes de cromatografía, metanol/agua.

GRUPO IV: ÁCIDOS.

Corresponden a este grupo los ácidos inorgánicos y sus soluciones acuosas concentradas (más del 10% en volumen). Debe tenerse en cuenta que su mezcla, en función de la composición y la concentración, puede producir alguna reacción química peligrosa con desprendimiento de gases tóxicos e incremento de temperatura. Para evitar este riesgo, antes de hacer mezclas de ácidos concentrados en un mismo envase, debe realizarse una prueba con pequeñas cantidades y, si no se observa reacción alguna, llevar a cabo la mezcla. En caso contrario, los ácidos se recogerán por separado.

GRUPO V: ACEITES.

Este grupo corresponde a los aceites minerales derivados de muestras analizadas, operaciones de mantenimiento, etc. En el caso de que exista la sospecha de que los aceites estén contaminados con compuestos bifenilos policíclicos (PCB's) se recomienda, recogerlos separadamente, para facilitar su eliminación.

GRUPO VI: SÓLIDOS.

Se clasifican en este grupo los productos químicos en estado sólido de naturaleza orgánica e inorgánica y el material desechable contaminado con productos químicos. No pertenecen a este grupo los reactivos puros obsoletos en estado sólido (grupo VII). Se establecen los siguientes subgrupos de clasificación dentro del grupo de Sólidos: Sólidos orgánicos: A este grupo pertenecen los productos químicos de naturaleza orgánica o contaminada con productos químicos orgánicos como, por ejemplo, carbón activo o gel de sílice impregnados con disolventes orgánicos. Sólidos inorgánicos: A este grupo pertenecen los productos químicos de naturaleza inorgánica. Por ejemplo, sales de metales pesados. Material desechable contaminado: A este grupo pertenece el material contaminado con productos químicos. En este grupo se pueden establecer subgrupos de clasificación, por la

Manual de laboratorio

naturaleza del material y la naturaleza del contaminante y teniendo en cuenta los requisitos marcados por el gestor autorizado.

GRUPO VII: ESPECIALES.

A este grupo pertenecen los productos químicos, sólidos o líquidos, que, por su elevada peligrosidad, no deben ser incluidos en ninguno de los otros grupos, así como los reactivos puros obsoletos o caducados. Estos productos no deben mezclarse entre sí ni con desechos de los otros grupos. Ejemplos:

- Comburentes (peróxidos).
- Compuestos pirofóricos (magnesio metálico en polvo).
- Compuestos muy reactivos [ácidos fumantes, cloruros de ácido (cloruro de acetilo), metales alcalinos (sodio, potasio), hidruros (borohidruro sódico, hidruro de litio), compuestos con halógenos activos (bromuro de benzilo), compuestos polimerizables (isocianatos, epóxidos), compuestos peroxidables (éteres), restos de reacción, productos no etiquetados]
- Compuestos muy tóxicos (tetraóxido de osmio, mezcla crómica, cianuros, sulfuros, etc.)
- Compuestos no identificados.

TÉCNICAS DE MANEJO Y ALMACENAMIENTO PARA DESECHOS PELIGROSOS.

Para lograr el manejo integral, ambientalmente adecuado, económicamente viable, tecnológicamente factible y socialmente aceptable de los residuos y desechos peligrosos, es necesaria la participación informada, organizada y responsable de todos los sectores, ya sean públicos, privados o sociales, lo cual implica un cambio cultural de gestión de los residuos y desechos peligrosos.

Los desechos peligrosos que se generan en los laboratorios universitarios tienen características particulares que demandan ser tomadas en cuenta al determinar la forma más adecuada para su manejo, planes que al respecto deberán desarrollar las instituciones correspondientes. Esta circunstancia deberá ser aprovechada para llenar los vacíos de conocimiento que existen en la materia y orientar la educación y capacitación en este campo de manera más crítica y orientada a la solución de los problemas que conlleva la generación y el manejo de los desechos peligrosos, así como hacia la prevención o minimización de sus riesgos para la salud y el ambiente. Al desarrollar esta labor será conveniente intercambiar experiencias entre laboratorios y aprovechar las de otros países. De acuerdo al Art 5 Ley del Medio Ambiente en materia, los desechos peligrosos se consideran como tales por sus propiedades: corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas, inflamables y biológico-infecciosas (características CRETIB). Lo anterior significa que quienes los generan o manejan deben tener en cuenta las características CRETIB para prevenir riesgos a la salud y al ambiente, por lo cual es recomendable tener a la mano las hojas de seguridad de los

materiales que los productores deben proporcionar a quienes les compran artículos que contienen sustancias con dichas características, pues ellas aportan información útil que incluye la consideración sobre su manejo al convertirse en desechos (y pueden estar disponibles en medios electrónicos). De particular importancia es envasar, etiquetar, almacenar y transportar dentro de las instalaciones en las que se usan, las sustancias, los agentes biológicos o desechos dotados de alguna de las características CRETIB, para evitar que haya fugas, derrames o accidentes por reacción, explosión, incendio o liberación de una nube tóxica que pongan en riesgo la salud de quienes están involucrados en su manejo o se encuentran en dichas instalaciones. Dado lo anterior, estudiantes, profesores, investigadores y personal de limpieza o de otra índole que puedan verse expuestos a las sustancias y desechos peligrosos, requieren no sólo estar informados, sino tener un entrenamiento básico para darles un manejo seguro y proteger su salud al respecto.

TIPOS DE ENVASES PARA RECOLECCIÓN Y ALMACENAMIENTO.

Cuando se trate de desechos no peligrosos no reciclables, el envasado se realiza en bolsas de basura, que una vez llenas se depositan en los contenedores municipales. En el caso de residuos no peligrosos reciclables (como el papel y el vidrio), se recoge cada uno de ellos en contenedores específicos por separado y se depositan en los contenedores municipales destinados al efecto, también por separado. El envasado y correspondiente separación de los desechos químicos peligrosos es algo más complejo. Para ello, se emplean distintos tipos de bidones o recipientes, dependiendo del tipo de desecho y de la cantidad producida. Para los desechos del grupo I al VII, es recomendable emplear envases homologados para el transporte de materias peligrosas. La elección del tipo de envase también depende de cuestiones logísticas como la capacidad de almacenaje del laboratorio. Algunos tipos de posibles envases a utilizar son los siguientes: Contenedores (garrafas) de polietileno de 5 o 30 litros de capacidad.

Se trata de polietileno de alta densidad resistente a la mayoría de productos químicos. También pueden emplearse envases originales procedentes de productos, siempre que estén correctamente etiquetados y marcados. Bidones de polietileno de 60 y 90 litros de capacidad y boca ancha, destinados al material desechable contaminado. Cajas de polietileno con un fondo de producto absorbente, preparadas para el almacenamiento y transporte de reactivos obsoletos y otros productos especiales. Envases de seguridad, provistos de cortafuegos y compensación de presión, idóneos para productos muy inflamables (muy volátiles) o que desprendan malos olores. Envases de 1 o 2 litros, para agujas, objetos punzantes o cortantes, puntas de pipeta. Una vez llenos se introducen en los envases para material desechable contaminado.

Pueden utilizarse recipientes metálicos cuando los desechos no ataquen las paredes del recipiente (disolventes no halogenados libres de ácidos, contaminados, etc.).

En la elección del tipo de envase debe tenerse en cuenta la posible incompatibilidad entre el envase y el residuo. Por ejemplo, en la utilización de envases

Manual de laboratorio

de polietileno, es preciso tener en cuenta algunas recomendaciones, las más importantes de las cuales se resumen a continuación.

Tabla 3. Recomendaciones referentes al uso de envases de polietileno para el almacenamiento de desechos.

PRODUCTO	RECOMENDACIÓN
Bromoformo y sulfuro de carbono	No utilizar
Acido butírico, acido benzoico, bromo y bromobenceno.	No utilizar en periodos de almacenamiento superior a un mes
Cloruro de amilio, cresoles, dietiléter, éter haluros de ácido, nitrobencono, percloroetileno, tricloroetileno y tricloroetano.	No utilizar con el producto a temperaturas superiores a 40 °C.
Diclorobencenos.	No utilizar en periodos de almacenaje superiores a un mes.

Nota: Los recipientes no deben ser llenados a más del 90% de su capacidad.

Todos estos tipos de envases pueden ser suministrados por la empresa gestora o por empresas especializados del sector. En nuestro país existen diversas industrias que comercializan este tipo de envases, tanto industrias especializadas en la fabricación de los mismos como también empresas que revenden el envase ya utilizado; los recipientes son de capacidad variable y van desde garrafas hasta bidones de 100 litros. Algunos ejemplos de envases que se pueden utilizar, se muestran en las figuras siguientes.



Figura 1. Bidones para líquidos.



Figura 2. Contenedores para sólidos.



Figura 3. Contenedores para agujas/puntas. Figura 4. Contenedores para Vidrio.



Figura 5. Contenedores para basura.

ETIQUETADO E IDENTIFICACIÓN DE LOS ENVASES CONTENIENDO DESECHOS.

Todos los desechos y sus recipientes deben estar debidamente identificados (indicación del productor) y correctamente etiquetados (indicación del contenido) de acuerdo con las disposiciones legales de nuestro país sobre clasificación, envasado y etiquetado. Debe tenerse en cuenta que un desecho es frecuentemente una sustancia o un preparado peligroso, y tiene que estar claramente advertido para que su manipulación pueda efectuarse en las condiciones de seguridad apropiadas.

La función del etiquetado es permitir una rápida identificación del desecho así como informar del riesgo asociado al mismo, tanto al usuario como al gestor, por lo que la etiqueta identificativa, además de los datos anteriores, debería incluir:

Manual de laboratorio

- Pictogramas e indicaciones de peligro, de acuerdo con lo dispuesto en la legislación vigente (ver figura 6)
- Los riesgos específicos y consejos de prudencia que correspondan.
- Un espacio en blanco donde el productor hará constar el principal componente tóxico o peligroso del residuo (Por ejemplo metanol, metales pesados, cromo, plomo, etc.).

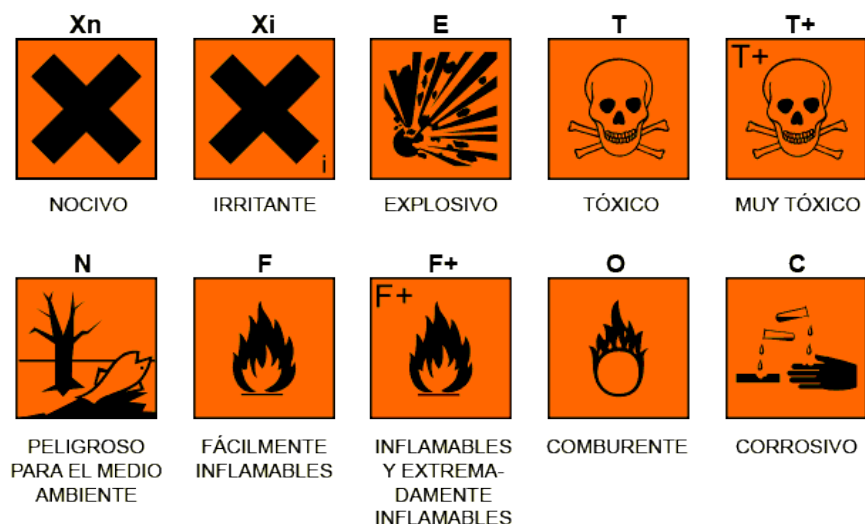


Figura 6. Pictograma para identificar los residuos químicos peligrosos.

Para facilitar la identificación del desecho, se propone asimismo, la utilización de etiquetas de diferentes colores en función del grupo al que pertenezca el desecho químico peligroso:

- Grupo I: Etiqueta de color naranja.
- Grupo II: Etiqueta de color verde.
- Grupo III: Etiqueta de color azul.
- Grupo IV: Etiqueta de color rojo.
- Grupo V: Etiqueta de color celeste.
- Grupo VI: Etiqueta de color amarillo.
- Grupo VII: Etiqueta de color lila.

Es posible realizar un estudio más profundo sobre el manejo de residuos y desechos en caso de que el laboratorio llegue a funcionar de manera continua y generando grandes volúmenes de vertidos. Cuando se llegue ese momento se puede tomar como referencia el trabajo de graduación “PROPUESTA DE TRATAMIENTO Y DISPOSICIÓN FINAL DE LOS RESIDUOS QUÍMICOS GENERADOS EN EL LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUAS DEL MINISTERIO DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES”. Aquí podemos tomar como guía los procedimientos para calcular los volúmenes mensuales de vertidos y su respectiva deposición para los desechos y residuos generados en cada uno de los análisis.

ANEXOS



MEMORIA DE USO DE EQUIPOS DE LABORATORIO

Universidad de El Salvador
Facultad de Ingeniería y Arquitectura.
Escuela de Ingeniería Química e
Ingeniería de Alimentos

ANEXO 1

MEMORIA DE USO

EQUIPO DE FILTRACIÓN AL VACÍO.



Figura 7. Filtro de Vacío Marca Nalgene

Manual de laboratorio



Paso 1. Lavar bien el equipo de filtración al vacío.



Paso 2. Enroscar bien el depósito inferior que es donde se recoge la muestra y la parte superior donde se coloca el filtro de tal manera que no existan fugas de aire

Paso 3. Colocar un filtro al fondo del depósito superior y adherirlo con agua destilada



Manual de laboratorio

Paso 4. Tomar la pistola de succión de vacío y conectar la manguera que sale de esta a la boquilla del filtrador.



Válvula



Manecilla

Paso 5. Una vez colocada la muestra líquida en el depósito superior del filtrador se debe empezar a jalar la manecilla de la pistola una y otra vez de tal manera que se genere vacío en el depósito inferior y se filtre la muestra a través del papel filtro. La pistola de succión tiene una válvula que indica la generación de una presión negativa en kPa.

Paso 6. Continuar la succión por varios minutos hasta verificar que toda la muestra se haya filtrado.



ANEXO 2

MEMORIA DE USO

C 102

**TURBIDÍMETRO Y MEDIDOR DE
ION ESPECÍFICO
MULTIPARÁMETRO.**



Figura 8. Fotografía del Turbidímetro y medidor de Ion Especifico, multiparámetro Hanna Instruments.

Manual de laboratorio

El C 102 de Hanna es un turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro portátil y microprocesador. Mide Cloro Libre y Total, Ácido Cianúrico, pH, Yodo, Bromo, Hierro rango bajo y Turbidez.

En el modo colorimétrico, el usuario puede seleccionar las calibraciones preprogramadas en fábrica o calibrar el medidor utilizando valores de calibración personalizados basados en la concentración o absorbancia relativa de la muestra. Los datos de calibración se almacenan en una EEPROM no volátil.

En el modo turbidez, es aconsejable recalibrar el medidor periódicamente con soluciones primarias según los requerimientos normativos o la experiencia del personal. Los rangos de turbidez son 0,00-9,99 NTU y 10,0-50,0 N U.

C 102 cumple con las normas G.L.P. (Good Laboratory Practice), es decir:

-Cuando se enciende, el display LCD visualiza todos los segmentos (test de display).

-El estado de la pila se monitoriza durante cada ciclo de medida avisando al usuario si las pilas se descargan. Además, C102 se apaga automáticamente antes de que una baja tensión origine lecturas erróneas.

-Utiliza un reloj de tiempo real y almacena datos de calibración como fecha, hora y valores de calibración.

Para facilitar el análisis en campo, el medidor dispone de un modo de registro. En este modo, el usuario puede almacenar hasta veinticinco lecturas en la RAM y visualizar la memoria en cualquier momento.

Existen ocho teclas para los diferentes modos de operación. El gran display de cristal líquido dispone de dos líneas: La línea superior tiene cuatro dígitos y puede visualizar el parámetro medido en centésimas. La línea inferior tiene tres caracteres e indica el modo actual (ej. F CL para cloro libre o TR para turbidez). Diferentes segmentos LCD indican pila baja, modo de registro, fecha, hora, etc.

Se utiliza un LED Verde Puro como fuente de luz para las medidas de turbidez y colorimétricas. Dispone de una fotocélula de silicio para recoger la luz transmitida del canal colorimétrico mientras que otra fotocélula recibe la luz dispersa del canal turbidimétrico (nefelométrico).

Para medir parámetros colorimétricos, el usuario a hacer un cero sobre el blanco de la muestra y añadir un paquete de reactivos (para Bromo, Cloro, Ácido Cianúrico, Yodo y Hierro rango bajo) o 0,2 ml de rojo fenol (para pH). Colocando nuevamente la cubeta en el medidor y pulsando READ, se visualizan las medidas directamente en el display.

Manual de laboratorio

1. CALIBRACION DEL EQUIPO¹

Materiales:

- C 102 turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro. Hanna Instruments
- Vial con tapón.
- Agua Destilada.
- Beaker de 100 ml.

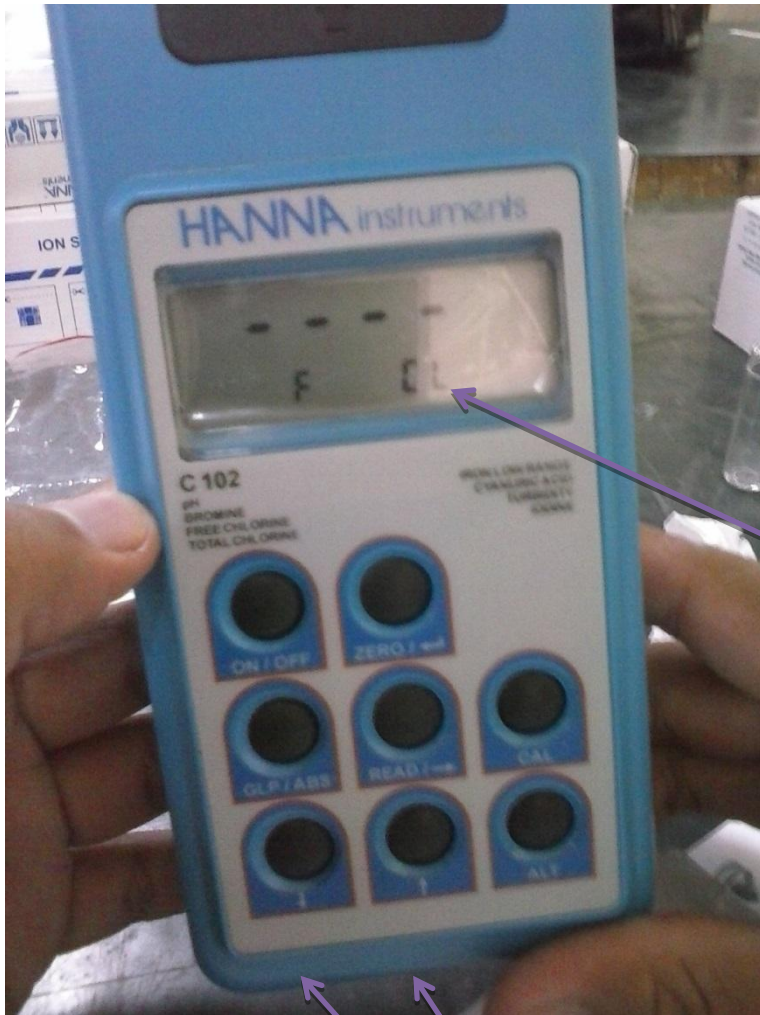
Paso 1. Encendido del equipo



Para encender el equipo presionamos la tecla ON/OFF situada en la parte superior izquierda del equipo y esperamos unos segundos hasta que el equipo cargue.

¹ Para mayor información consulte Manual de instrucciones C 102 Turbidímetro y medidor de ion específico multiparámetro.

Paso 2. Elección del método.



Cuando el equipo estabilice nos mostrara líneas punteadas en la parte superior y el parámetro que queremos medir en la parte inferior.

F CL	Cloro Libre	t CL	Cloro Total
CY	Ácido Cianúrico	PH	pH
Id	Yodo	Br	Bromo
L FE	Hierro		

Para cambiar de parámetro utilizamos las flechas direccionales. En este caso hemos escogido el parámetro cloro libre.

Paso 3. Calibración colorimétrica.

La calibración es necesaria porque la solución acuosa sola también absorbe la luz, además de la sustancia química de interés. Para evitar este problema, es común preparar una primera solución llamada "blanco". La solución en blanco contiene todo lo que tiene la solución coloreada, excepto el compuesto químico cuya absorbancia se va a medir. Todos los colorímetros modernos han incorporado funciones de calibración. Por lo general, comienza la calibración, se inserta el blanco y el colorímetro registra esta absorbancia como "absorbancia cero". Entonces el colorímetro se considera calibrado.

Calibración a cero.

Para calibrar la amplitud del medidor, llene una cubeta con una muestra de agua limpia destilada. Inspeccione y limpie meticulosamente la superficie del vial.




Encienda el medidor y pulse un momento las teclas ALT y CAL. El display mostrará 4 guiones y "d 00". El segundo "0" parpadeará permitiendo su selección.



Utilizando las teclas \uparrow \downarrow \rightarrow seleccione "d 31" en la línea inferior.

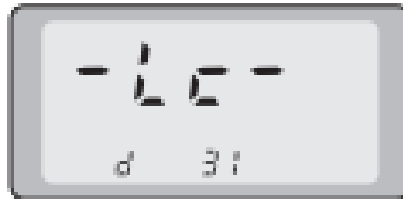


Manual de laboratorio

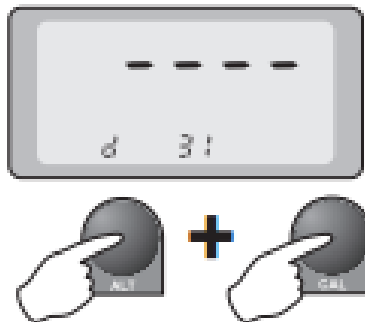
Inserte la solución de agua destilada previamente preparada en el alojamiento y asegúrese de que la muesca de la tapa está situada sobre la ranura. Pulse la tecla 



“-Lc-” parpadeará en el display durante unos segundos indicando que se está realizando el ajuste del LED para las medidas colorimétricas.



Después aparecerá en la línea superior del display una secuencia de números de -511 a 512 indicando diferentes niveles de intensidad de luz del LED. En aproximadamente un minuto, se habrá realizado el ajuste y los datos de calibración se almacenarán en la memoria no volátil.



El display mostrará de nuevo cuatro guiones indicando el final del proceso de calibración de cero.



Manual de laboratorio

Pulse las teclas ALT y CAL de nuevo para dejar el modo diagnóstico.



Ahora se encuentra calibrado el equipo, retiramos el vial de medición, lo enjuagamos con agua destilada y procedemos con la medición muestra desconocida en el vial.

2. MEDICION DE LAS MUESTRAS

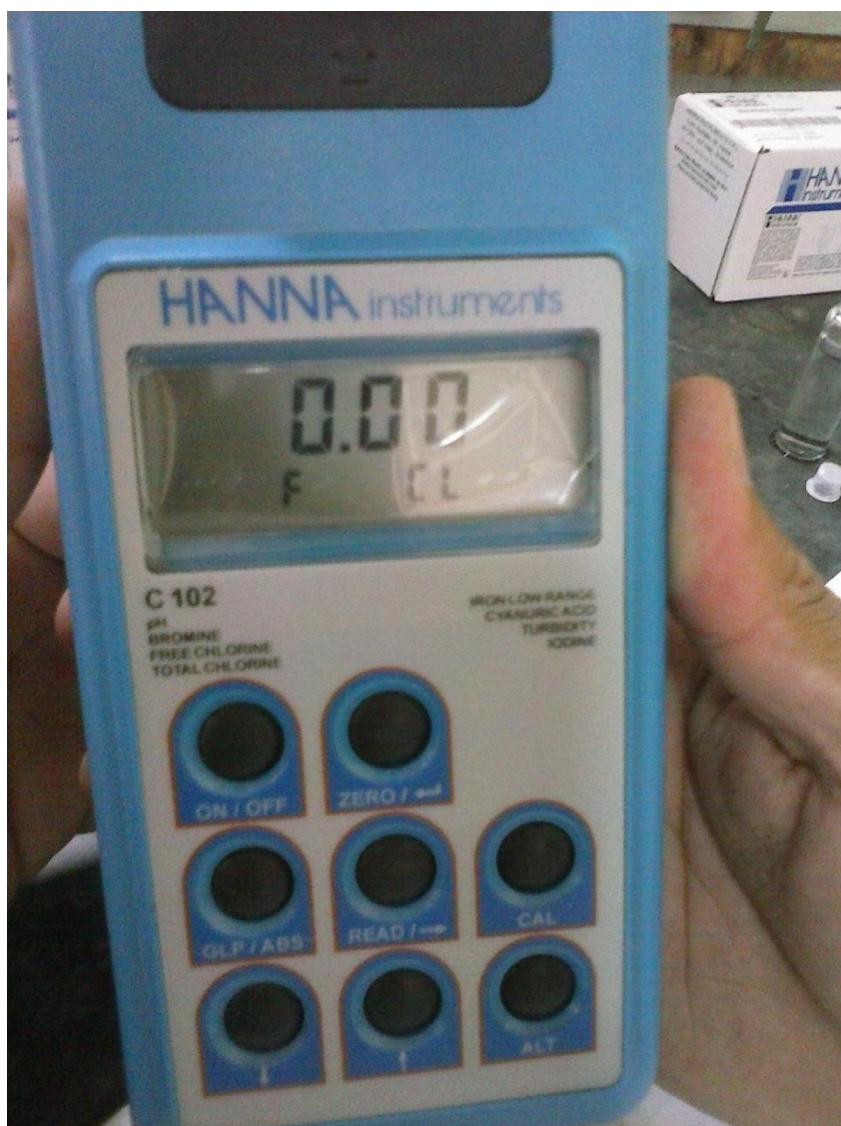


Llenamos el vial con la muestra de agua (ésta funciona como blanco). Tapamos el vial y lo limpiamos con papel toalla. Introducimos el vial en el equipo para empezar con las mediciones.

Presionamos la tecla ZERO, para lectura del blanco



El medidor visualizara "SIP"
durante unos segundos.

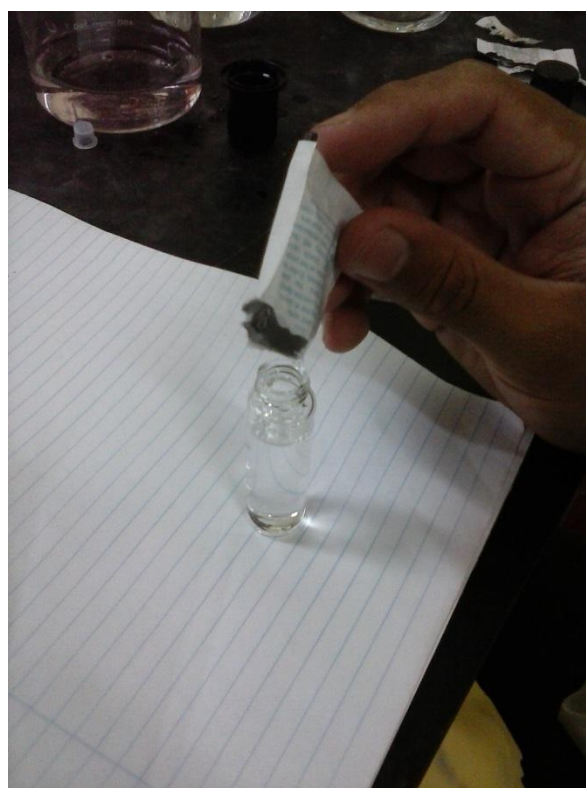


Luego se mostrara en pantalla
el número cero.

Manual de laboratorio



El equipo cuenta con paquetes de reactivos para cada uno de los parámetros de medición. Para este caso utilizamos los HI93711-0 para cloro libre.



Se toma el vial y depositamos con cuidado el contenido del sobre.

Agitamos vigorosamente, procurando no derramar el contenido.



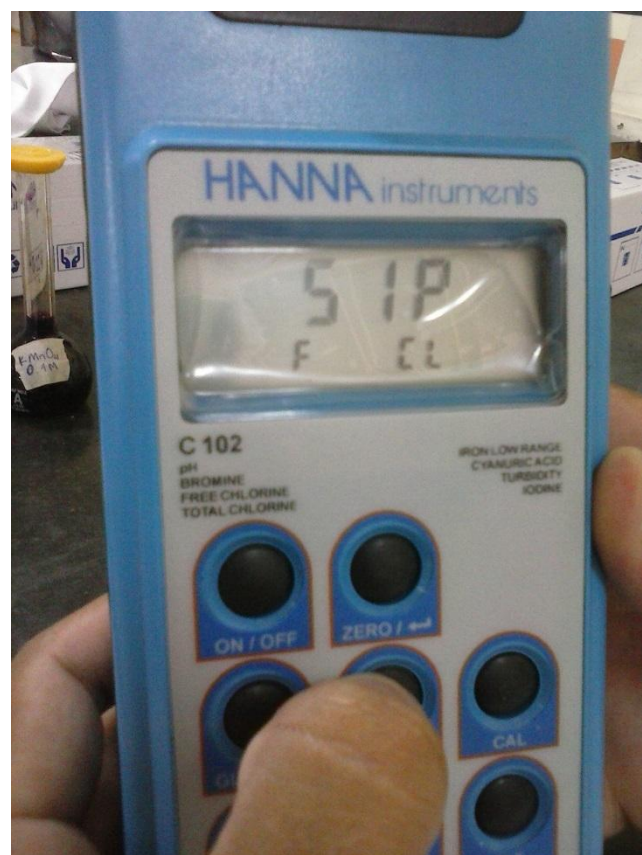
Dejamos reposar el vial, aproximadamente 2 minutos y medio, para que se desarrolle el color

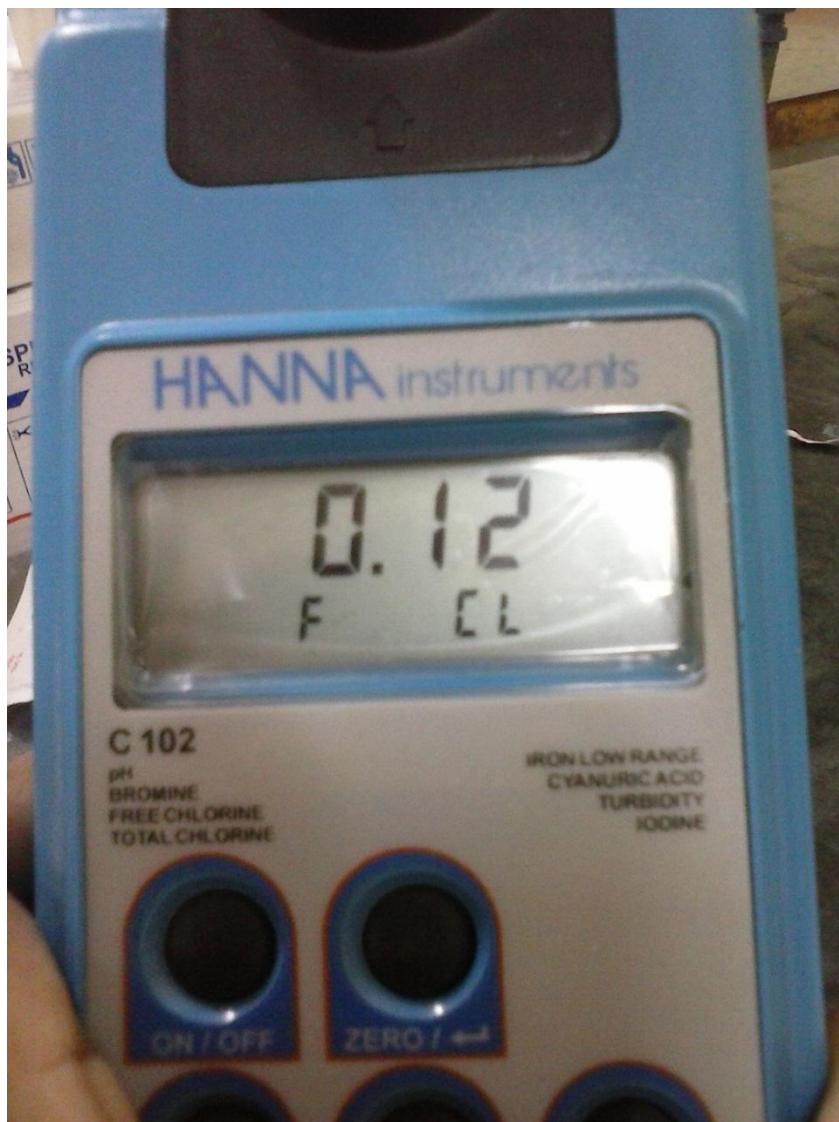
Manual de laboratorio



Introducimos el vial y presionamos la tecla READ situada en la parte media del equipo

El equipo nos mostrará en la pantalla las letras SIP que indica que está reconociendo el valor.





El equipo nos muestra el valor de cloro libre total contenido en la muestra, en unidades de parte por millón.

ANEXO 3.

MEMORIA DE USO DE ESPECTROFOTÓMETRO DE LUZ VISIBLE/ULTRA VIOLETA UV-1800



Figura 9. Espectrofotómetro de Luz visible, Ultra Violeta UV-1800 Shimadzu

ESPECTROFOTOMETRO UV-VIS 1800 SHIMADZU

Diseñado de acuerdo con regimiento de Japón y de la Farmacopea Europea, el UV-1800 UV-VIS alcanza una resolución de 1nm, la más alta en su clase, en un diseño compacto.

Ofreciendo una amplia gama defunciones fáciles de usar, el UV-1800 se puede utilizar como un instrumento independiente o como un instrumento controlado por PC.

Especificaciones del equipo

- Rango de longitud de onda de: 190 a 1100 nm
- Ancho de banda espectral: 1 nm (190 a 1100 nm)
- Visualización de Longitud de onda: incrementos de 0,1 nm
- Ajuste de Longitud de onda: incrementos de 0,1 nm (incrementos de 1 nm al establecer el alcance de detección)
- Longitud de onda precisión: $\pm 0,1$ nm en 656.1 nm D2; $0,3$ nm \pm (190 a 1100 nm)
- Repetibilidad longitud de onda: $\pm 0,1$ nm
- Luz dispersa: menos de 0,02% de NaI a 220 nm, a 340 nm NaNO_2 ; menos de 1,0% de KCl en 198 nm
- Sistema fotométrico: doble haz
- Absorbancia rango fotométrico: -4-4 Abs
- Transmitancia: 0% a 400%
- Precisión fotométrica: $\pm 0,002$ Abs (0.5Abs); $\pm 0,004$ Abs (1.0Abs); $\pm 0,006$ Abs (2.0Abs)
- Repetibilidad fotométrica: menos de $\pm 0,001$ Abs (0.5Abs); menos de $\pm 0,001$ Abs (1Abs); menos de $\pm 0,003$ Abs (2.0Abs)
- Estabilidad de línea de base: de menos de 0.0003 Abs / H a 700 nm(una hora después de la fuente de luz encendida)

Manual de laboratorio

- Plano de línea de base: dentro de ± 0.0006 Abs(190 a 1100 nm, una hora después de la fuente de luz encendida)
- Nivel de ruido: dentro de 0,00005 Abs valor RMS (a 700 nm)
- Dimensiones (W x D x H): 450 (W) x 490 (D) x 270 (H)
- Peso: 15kg

En un instrumento de doble haz, la luz se divide en dos haces antes de llegar a la muestra. Un haz se utiliza como referencia, y el otro haz de luz pasa a través de la muestra. Este instrumentos de doble haz tiene dos detectores (fotodiodos), y el haz de referencia y el de la muestra se miden al mismo tiempo como se muestra en la Figura 10 a continuación.

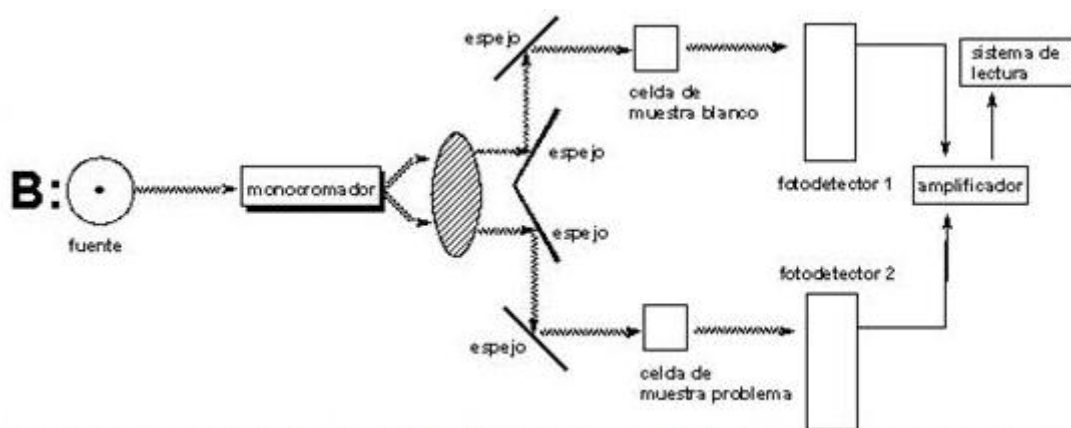


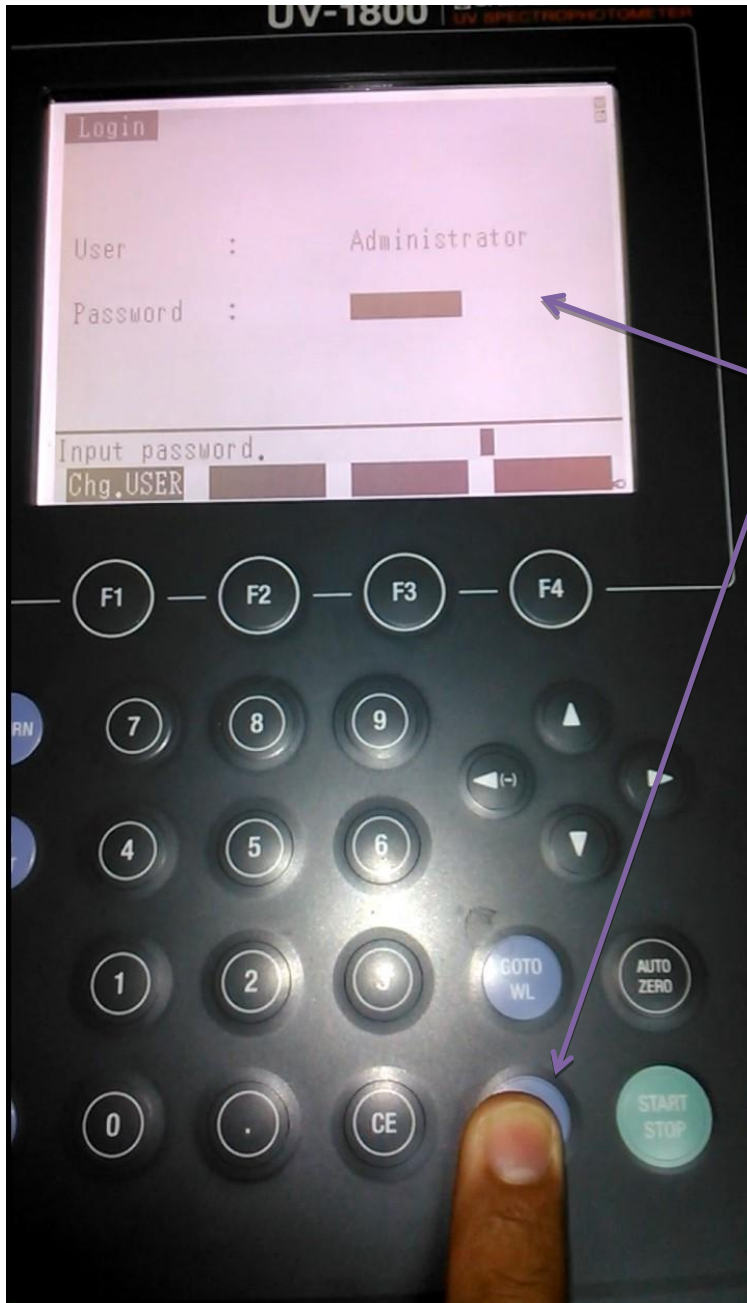
Figura 10. Diagrama de Funcionamiento del Espectrofotómetro UV Visible de Doble Haz.

Materiales:

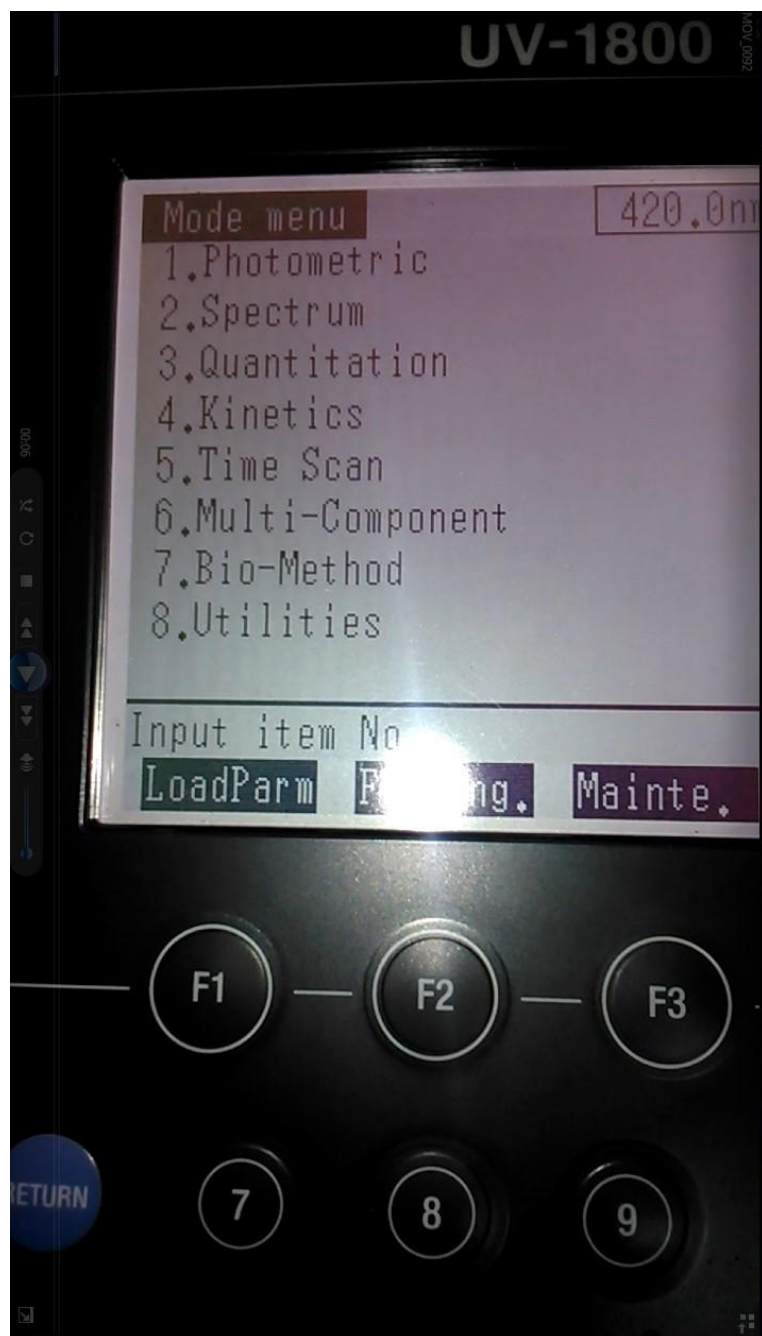
- Espectrofotómetro UV Visible 1800 Shimadzu
- 2 Celdas de cuarzo.
- Balones volumétricos de 25 ml para estándares.
- Papel toalla.
- Beaker de 250 ml para descartes.
- Beakers de 50 ml
- Agua destilada
- Pizeta

1. CALIBRACION DEL EQUIPO.

Paso 1. Encendido del equipo.

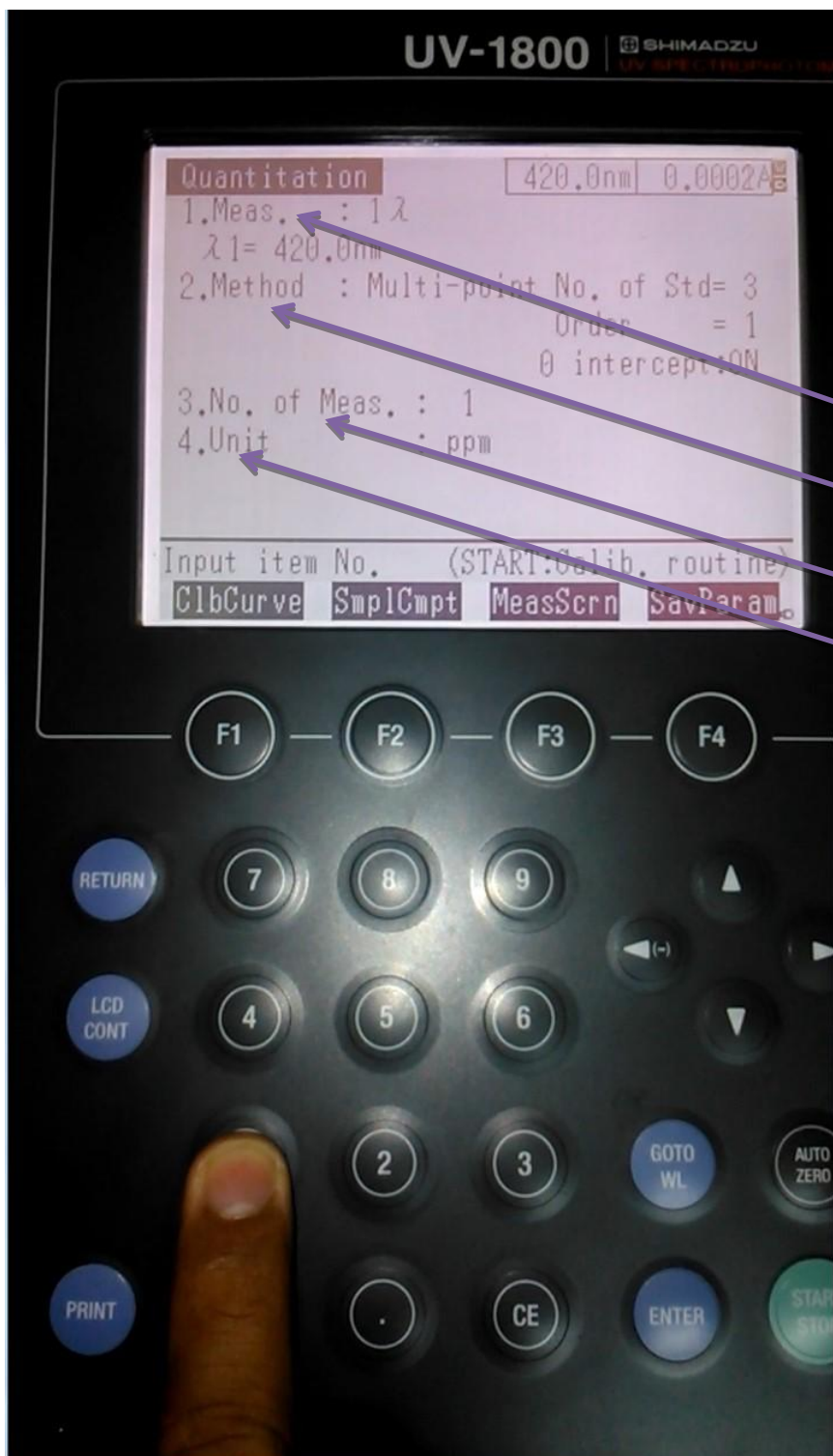


En la pantalla principal aparecer el usuario y nos pedirá que introduzcamos la clave de usuario, en caso que el equipo no posea clave de usuario presionamos el botón “ENTER” ubicado en la parte inferior derecha.



Paso 1. 2 Modo Menú.

Luego de presionar la tecla “ENTER” El equipo nos mostrara el menú de opciones para escoger el tipo de medición que deseamos.



Paso 1.3. Selección del modo.²

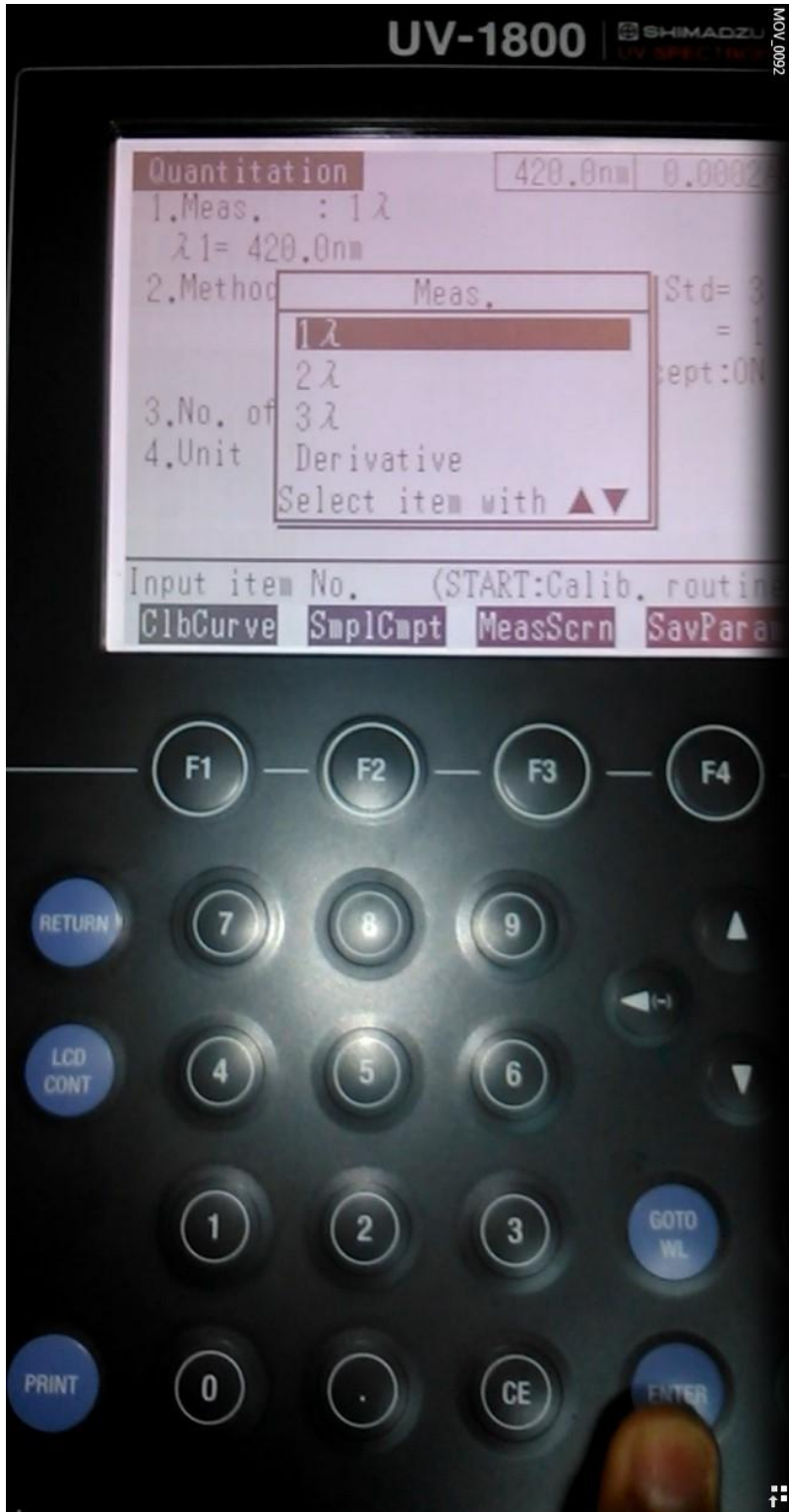
Para este caso seleccionamos el modo “QUANTITATION”, el cual nos muestra la siguiente pantalla

- 1.
- 2.
- 3.
- 4.

1. Numero de longitudes de onda del método
2. Método
3. Numero de mediciones
4. Unidades.

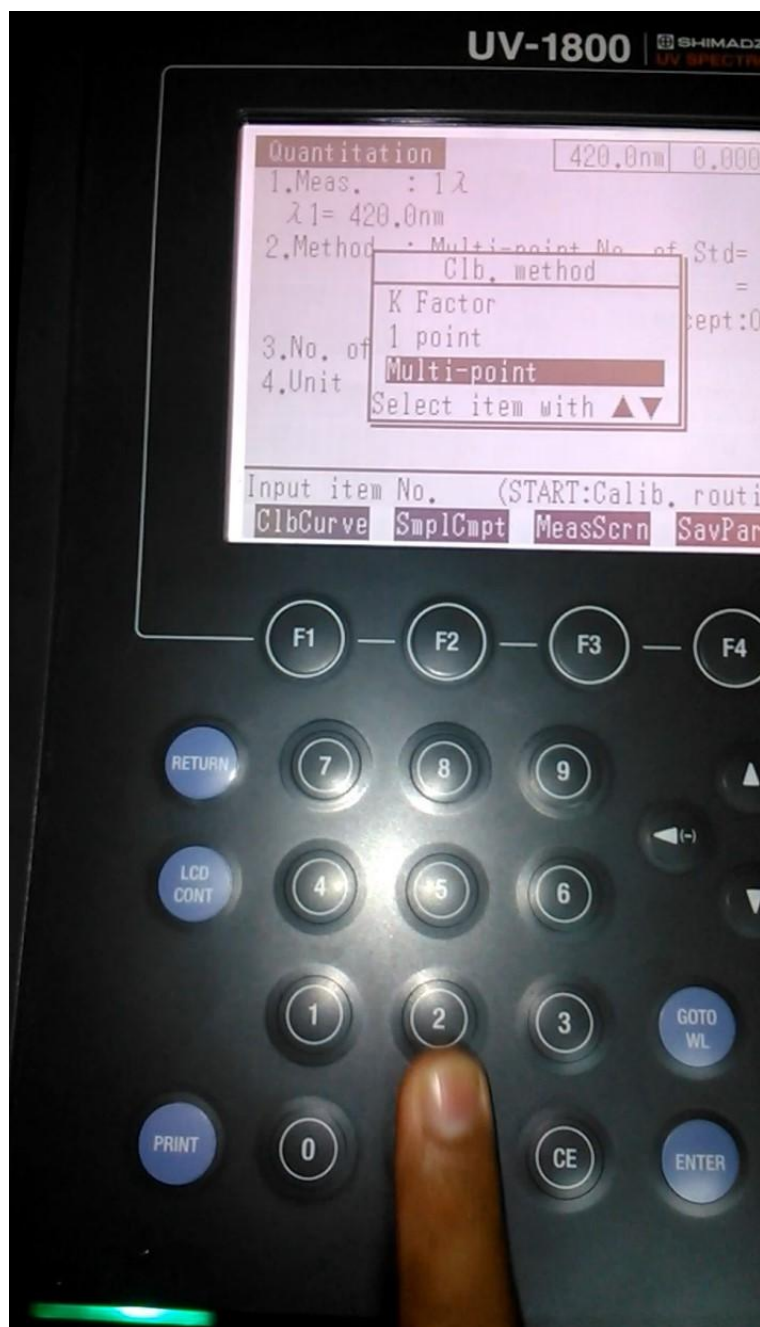
² Para mayor información sobre cada ítems consultar el manual del usuario de Espectrofotómetro de luz visible ultravioleta UV-1800.

Paso 1. 4. Elección de la longitud de onda.

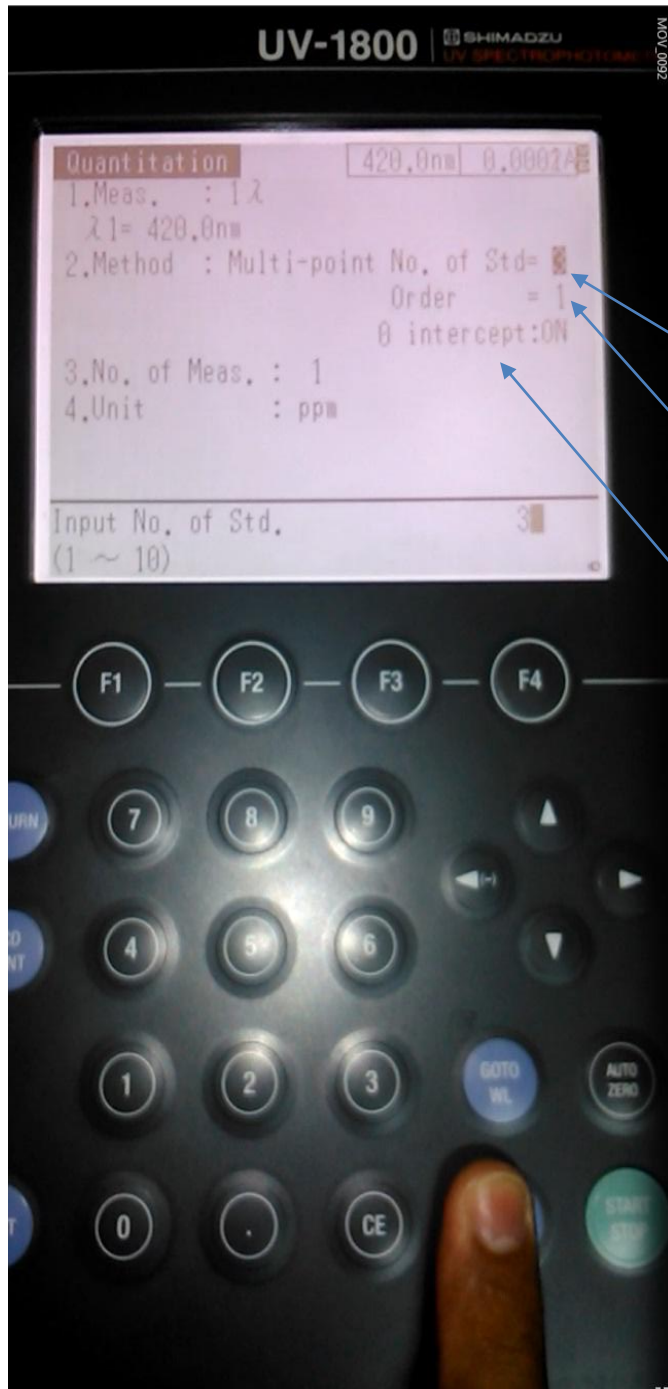


Para la elección de la longitud de onda presionamos el número 1 en el teclado del equipo y seleccionamos la longitud de onda a la cual trabaja el método, en este caso particular el método tiene una sola longitud de onda la cual es de 420 nm.

Paso 1.5. Elección del método.



Para la elección del método seleccionamos el número 2 con ayuda del teclado del equipo. En este caso se selecciona el método MULTIPOINT debido a que se trabaja con más de un estándar para realizar la curva de calibración. Seleccionamos y presionamos la tecla “ENTER”



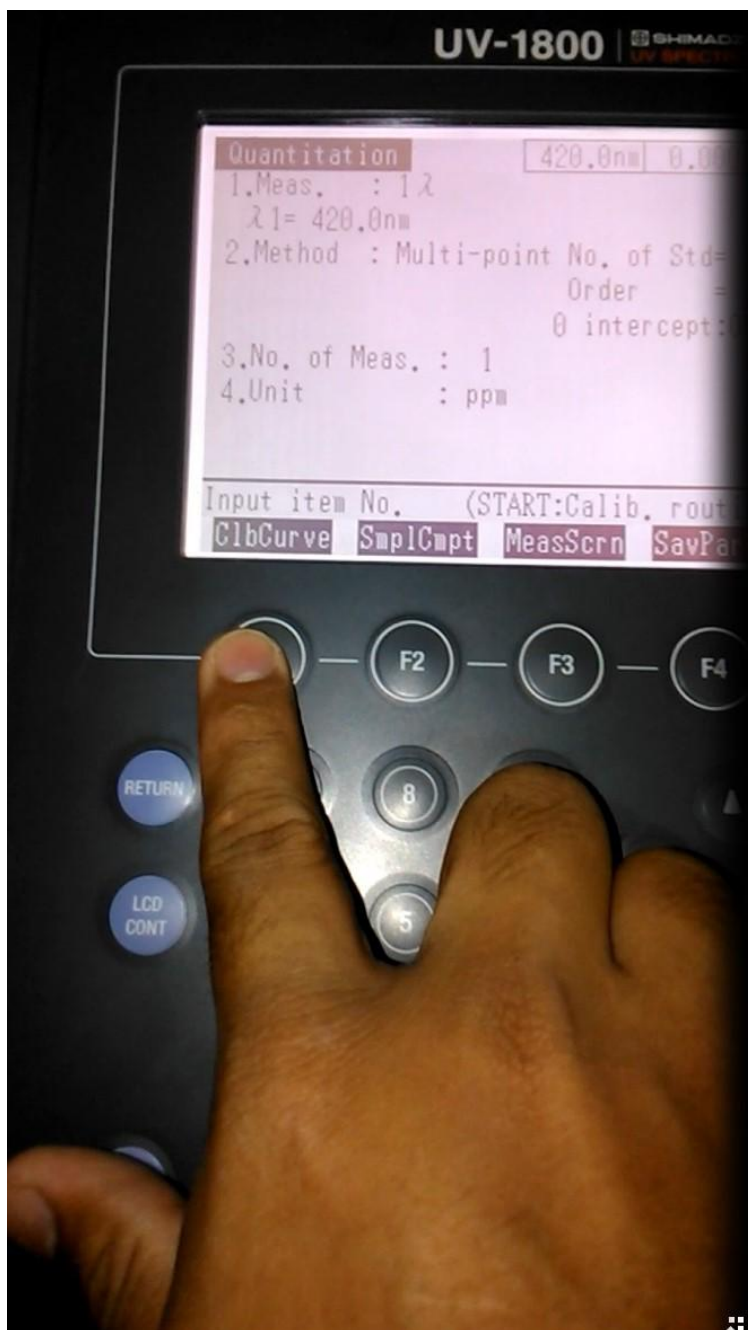
Luego el equipo nos dará la opción de introducir el número de estándares que analizaremos para crear la gráfica, además nos pedirá el orden de la ecuación y si queremos intercepción de la gráfica con el eje en

1.

2

3

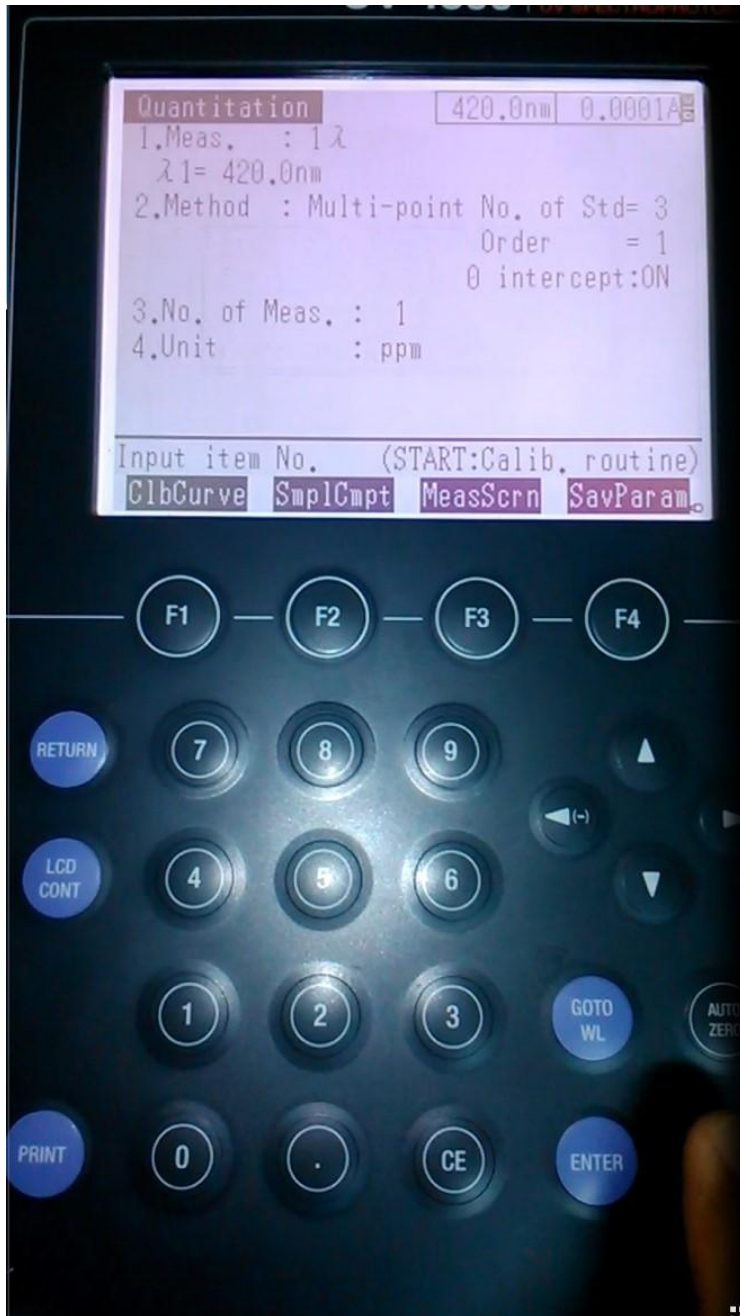
1. Numero de estándares
2. Orden de la ecuación
3. Intercepción con el eje.



Paso 1.6. Selección del número de mediciones y unidades.³

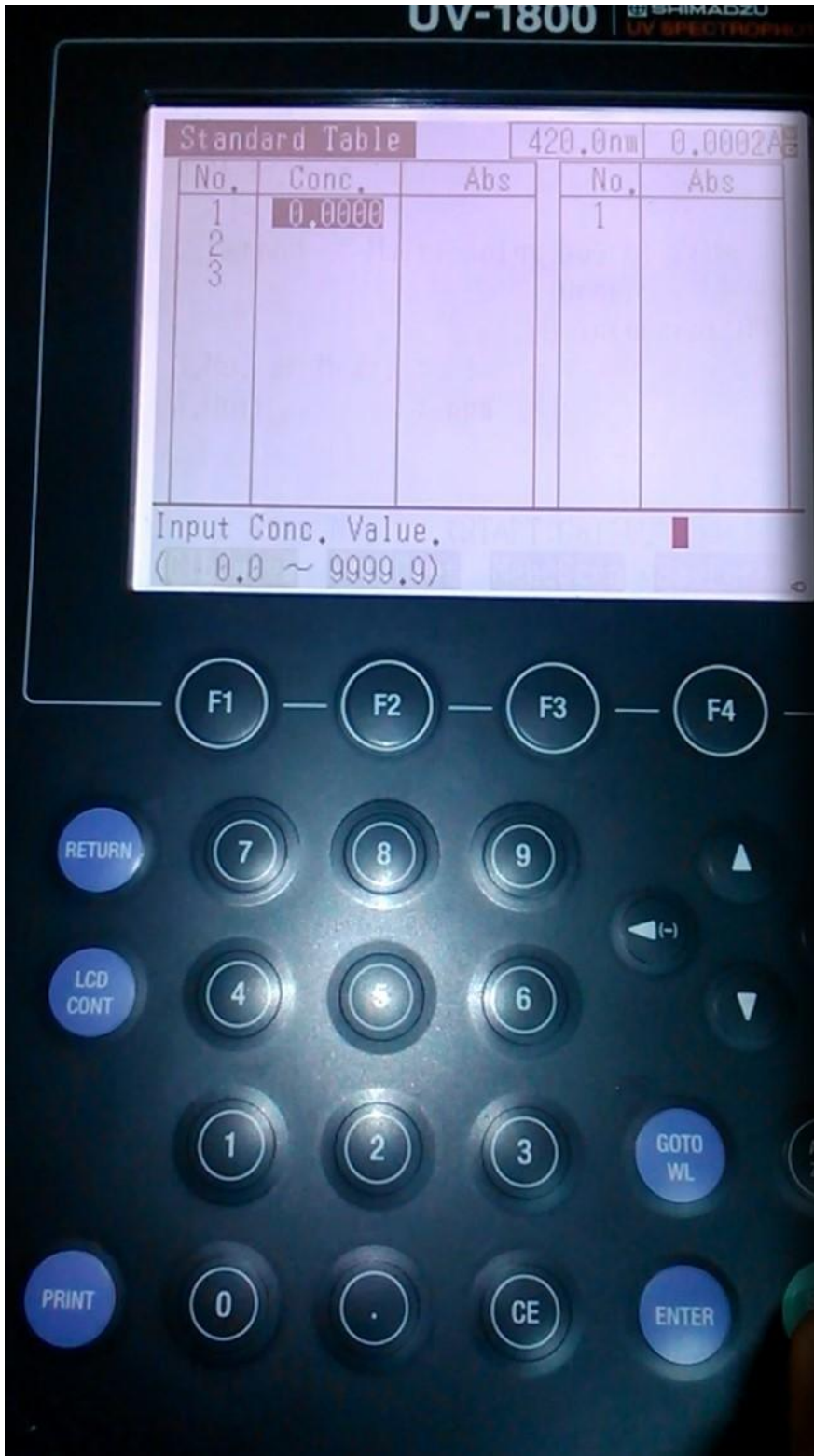
Con la opción tres podemos seleccionar cuantas veces queremos repetir la medición del estándar; y con la opción 4 podemos cambiar las unidades en las que queremos que el equipo trabaje.

³ Para mayor información sobre cada ítem consultar el manual del usuario de Espectrofotómetro de luz visible ultravioleta UV-1800.



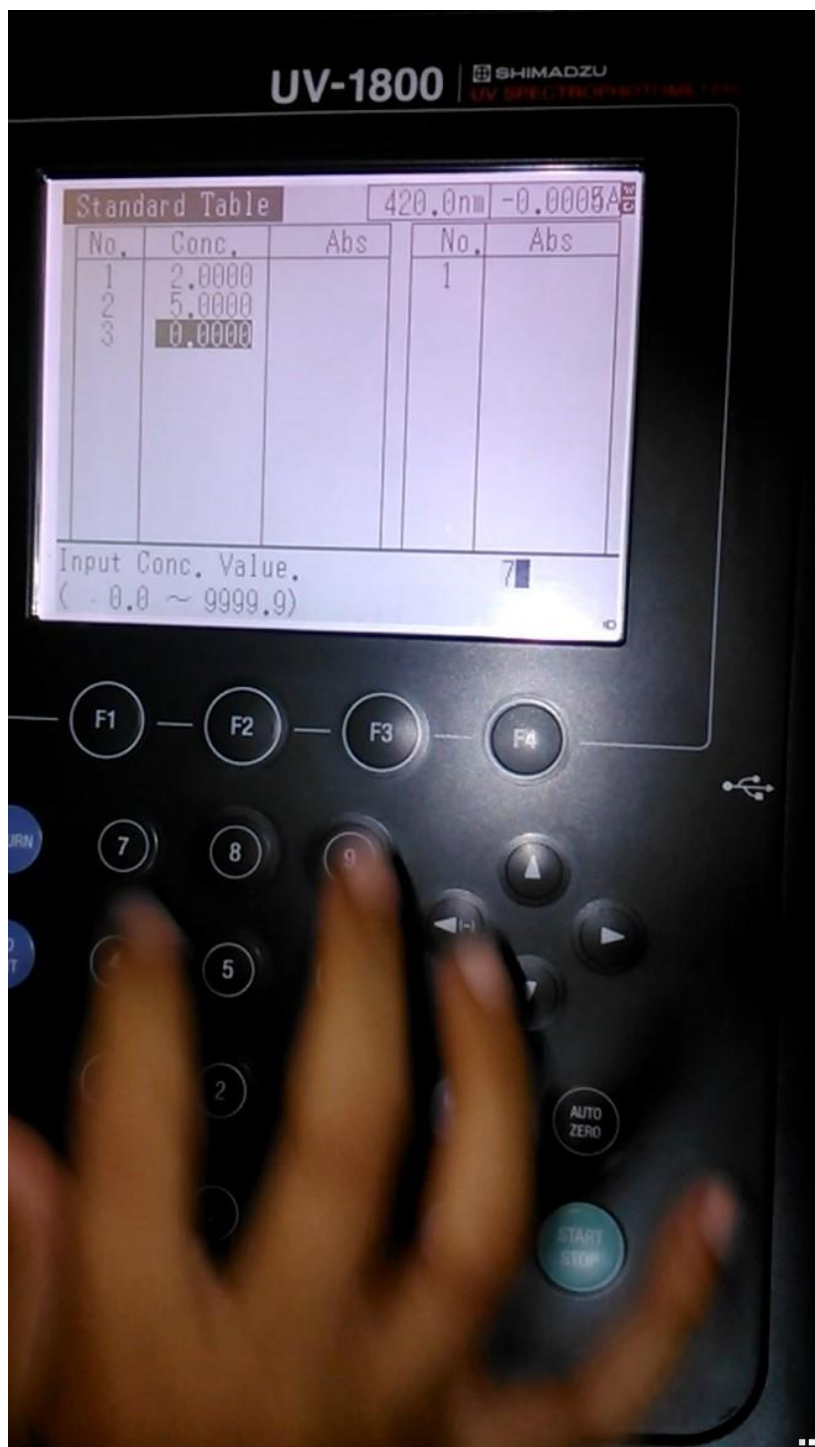
Cuando ya tenemos todos los parámetros seleccionados y revisados, presionamos la tecla “ENTER” del equipo y procedemos a la creación de la curva de calibración.

2. CALIBRACION DEL EQUIPO.



Paso 2.1. Cuadro para curva de calibración.

Luego de la etapa de calibración el equipo mostrará la pantalla para empezar con la creación de la curva de calibración.



Paso 2.2. Entrada de concentraciones de estándares

Introducimos las concentraciones de los estándares en el cuadro que nos muestra el equipo con



Paso 2.3. Colocación de blanco en celdas en equipo

Levantamos la tapa lateral ubicada a la izquierda del equipo e introducimos la celda que contiene el blanco en el depósito superior.

Paso 2.4. Colocación estándar en celdas.



Colocar el estándar en la segunda celda, utilizando la técnica de acondicionamiento.

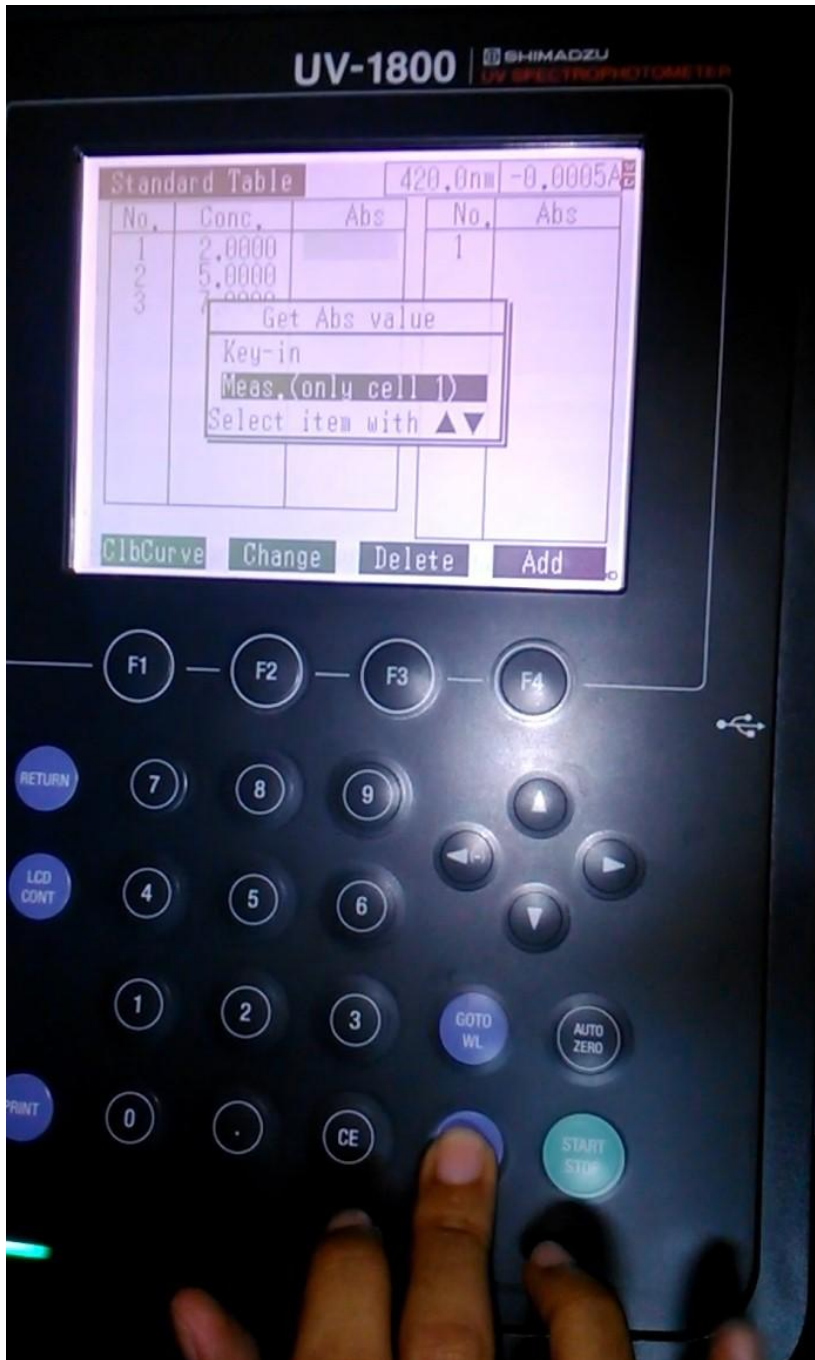
Limpiar la superficie de la celda para evitar ralladuras o residuos de líquido que interfieran en la medición.





Paso 2.5. Colocación de celdas en equipo

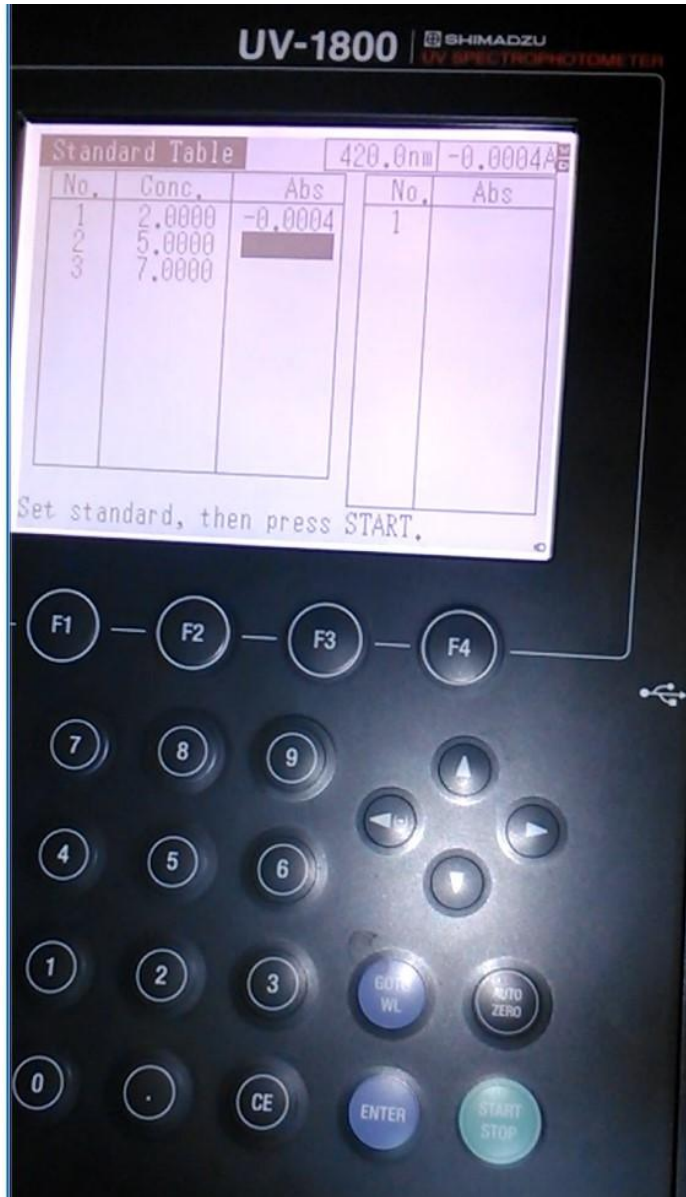
Introducir ambas celdas en el equipo, cerramos la tapa y nos preparamos para la medición del primer estándar.



Paso 2.6. Medición de absorbancia de estándar en equipo.

Cuando terminemos de introducir ambas celdas las presionamos “ENTER” y el equipo muestra el cuadro que se aprecia en la imagen, nos posicionamos en la opción “MEAS” para medir directamente la celda.

Paso 2.6.1. Absorbancias de estándares.



El equipo automáticamente coloca la absorbancia del estándar en la tabla que se muestra en la figura.

Repetir este mismo paso para la cantidad de estándares que se tengan y luego presionamos la tecla "F1" para obtener la curva de calibración.

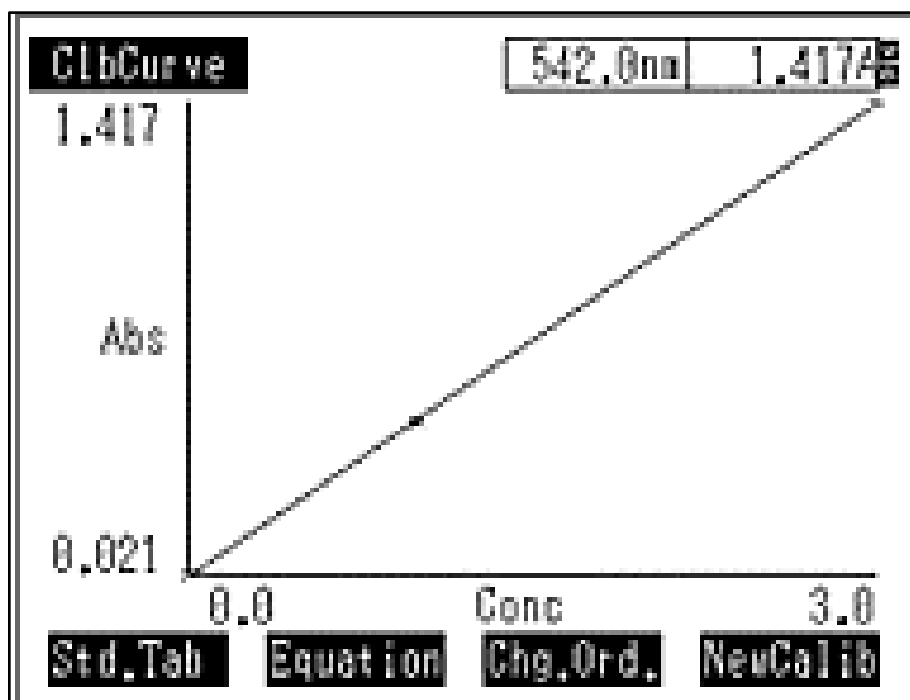
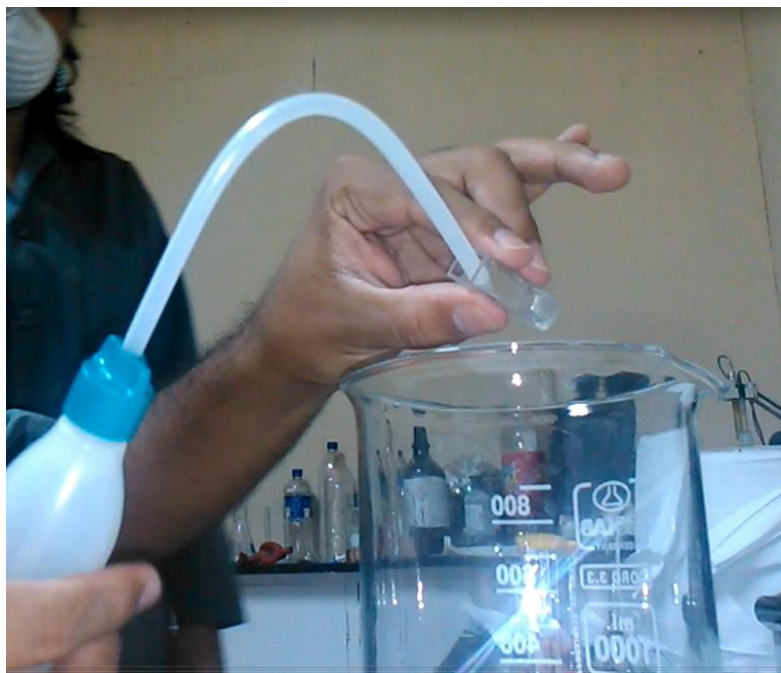


Figura 11. Ejemplo de curva de calibración mostrada en el equipo.

Luego de tener lista la curva de calibración con todos los puntos el equipo volverá a la pantalla inicial (paso 1.3).

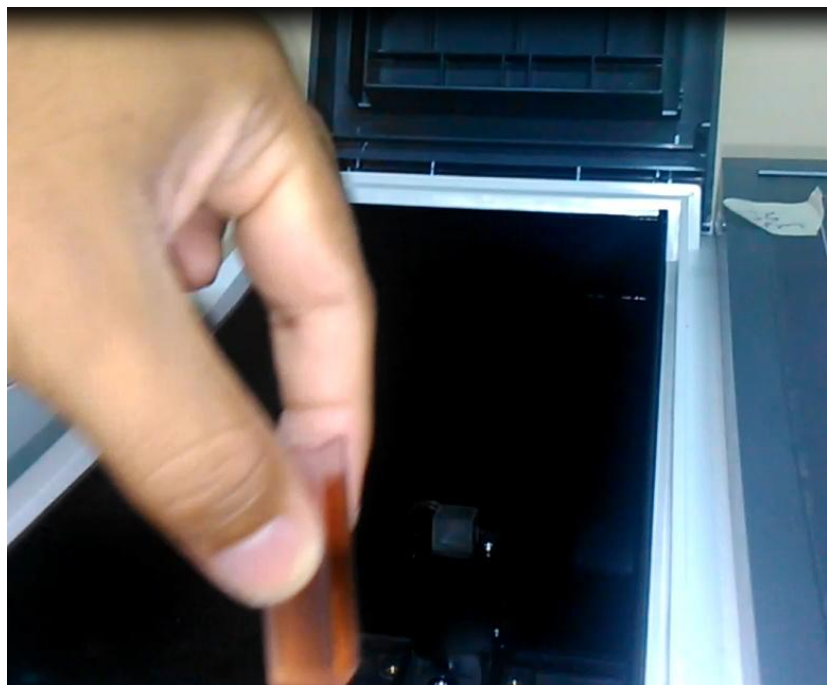
MEDICION DE LAS MUESTRAS



Para la medición de las muestras únicamente lavar la celda que contiene el estándar procurando hacer un enjuague minucioso con agua destilada para evitar residuos que puedan interferir en la lectura.



Colocar la muestra desconocida en la celda, haciendo uso de una etapa previa de acondicionamiento con el objetivo de obtener una medición más precisa.



Introducir la celda con la muestra y presionar la tecla “ENTER” el equipo mostrara la concentración de la muestra en las unidades indicadas.

Quantitation 0.00

Smpl No.	Abs	Conc.(ng/ml)
1	0.911	1.9241
2	0.988	1.9176
3	0.482	1.0047
4	0.475	0.9897
5	0.488	1.0176
6	0.479	0.9983
7	0.485	1.0112
8	0.652	1.3690

▲ : PrevData ▼ : NextData 1/ 2

PrintData LoadData

Figura 12. Ejemplo de medición de muestra desconocida mostrada en el equipo.