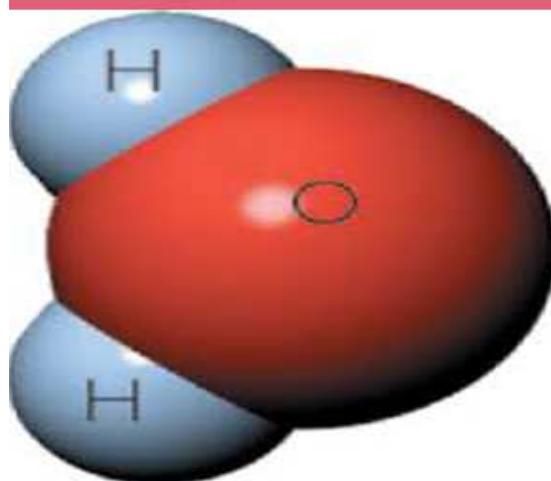


MANUAL DE MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA
DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS FISICOQUÍMICOS
BÁSICOS EN AGUAS



Carlos Alberto Severiche Sierra
Marlon Enrique Castillo Bertel
Rosa Leonor Acevedo Barrios

1326

**Manual de Métodos Analíticos para la Determinación de Parámetros
Fisicoquímicos Básicos en Aguas**

*Carlos Alberto Severiche Sierra, Marlon Enrique Castillo Bertel y Rosa
Leonor Acevedo Barrios*



Editado por la Fundación Universitaria Andaluza Inca Garcilaso para
eumed.net

Derechos de autor protegidos. Solo se permite la impresión y copia de este
texto para uso personal y/o académico.

Este libro puede obtenerse gratis solamente desde
<http://www.eumed.net/libros-gratis/2013a/1326/index.htm>

Cualquier otra copia de este texto en Internet es ilegal.

**MANUAL DE
MÉTODOS
ANALÍTICOS PARA LA
DETERMINACIÓN DE
PARÁMETROS
FISICOQUÍMICOS
BÁSICOS EN AGUAS**

**Carlos Alberto Severiche
Sierra**

**Marlon Enrique Castillo Bertel
Rosa Leonor Acevedo Barrios**

**Manual de Métodos Analíticos para la Determinación de
Parámetros Fisicoquímicos Básicos en Aguas**

Carlos Alberto Severiche Sierra

Químico

Especialista en Ingeniería Sanitaria y Ambiental

Magister en Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente

Marlon Enrique Castillo Bertel

Químico

Rosa Leonor Acevedo Barrios

Bióloga

Magister en Microbiología

Doctoranda en Toxicología Ambiental

Cartagena de Indias, Colombia

2013

PROLOGO

El presente material no pretende ser una obra original del autor, es simplemente una compilación y adaptación de obras publicadas por diferentes autores sobre la materia.

El objetivo de estos apuntes es el de servir como guía de estudio en los temas relacionados con el análisis fisicoquímico de aguas; pensando en que sea utilizado por el mayor número de personas y público en general.

El manual presenta un esquema muy general, indicando el fundamento, el ámbito de aplicación, las posibles interferencias, seguidamente la descripción de la metodología analítica, luego los cálculos y presentación de resultados, por último las referencias bibliográficas utilizadas en cada método. Además se detallan los procedimientos de validación y verificación de métodos y presentación de informes de laboratorio.

ÍNDICE

MUESTREOS	6
1. Muestreo de aguas de proceso.....	6
2. Muestreo de agua potable.....	7
3. Muestreo de aguas residuales y naturales.....	8
ANÁLISIS BÁSICOS	12
1. Potencial de Hidrogeno pH.....	12
2. Color.....	14
3. Olor.....	18
4. Turbiedad.....	20
5. Conductividad – Salinidad.....	23
6. Temperatura.....	26
ANÁLISIS VOLUMÉTRICOS	28
1. Alcalinidad.....	28
2. Acidez.....	33
3. Durezas.....	36
4. Cloruros.....	41
ANÁLISIS GRAVIMÉTRICOS	44
1. Sólidos totales.....	44
2. Sólidos suspendidos totales.....	47
3. Sólidos fijos y volátiles.....	50
4. Sólidos sedimentables.....	52
5. Sólidos disueltos totales.....	54
ANÁLISIS COLORIMÉTRICOS	59
1. Aluminio.....	59
2. Nitrato.....	63
3. Sulfato.....	66
4. Cromo hexavalente.....	69
5. Fosfato.....	73
6. Nitrito.....	77
VALIDACIÓN Y VERIFICACIÓN DE MÉTODOS	80
GRÁFICOS DE CONTROL	90
INFORME DE LABORATORIO	93
ANEXOS	95

MUESTREOS

Previo a un muestreo es importante tener claramente definida la forma como serán tomadas las muestras, chequeando el presupuesto, el personal con que se cuenta, la capacitación del personal, el transporte, los costos de inversión, los costos de operación y mantenimiento, la vida útil de los equipos, los requerimientos de energía y espacio y la disponibilidad de los mismos, entre otros. A continuación se muestran tres tipos de muestreo de utilidad en la actualidad, muestreo de agua de proceso, muestreo de agua potable y muestreo de aguas residuales y superficiales.

1. Muestreo de aguas de proceso

Aquí se describen los procedimientos de muestreo de agua en las etapas del proceso de potabilización para su análisis físico-químico.

Etapas a seguir:

- Identificación de las muestras y registro de las condiciones de muestreo: los frascos serán rotulados con el nombre del sitio de muestreo. En el registro correspondiente se consignarán fecha y hora de recolección, muestreador y cualquier observación que contribuya a esclarecer las condiciones de la muestra.
- Selección del punto de muestreo: los puntos de muestreo en una planta de tratamiento serán:

Tabla 1. Puntos de muestreo en una planta de tratamiento

Clase de agua	Punto de muestreo
Cruda	Tanque de compensación
Decantada (proceso)	Canaletas de recolección
Filtrada (proceso)	Grifos de salida de los filtros
Tanques de almacenamiento (potable)	Los propios tanques
Tratada (potable)	Manhole de salida

Fuente: Elaboración Propia

- Volúmenes de muestras: para análisis físico-químicos, se recolectarán 500 mL. De requerirse mayor volumen de muestra, podrán recolectarse dos frascos o uno de mayor volumen, en función de los análisis a realizar.

- Conservación y almacenaje: inmediatamente recolectadas, las muestras serán trasladadas al Laboratorio para su análisis inmediato. De no ser posible, se refrigerarán y analizarán en un tiempo no superior a 24 horas.

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:

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

Etapas a seguir:

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.

- Selección del punto de muestreo: se debe elegir un grifo alimentado por un tubo que se desprenda directamente de la red de distribución y no de un depósito o tanque de almacenamiento. En las viviendas, el grifo seleccionado debe encontrarse lo más cerca posible del medidor, preferiblemente en el jardín. En caso de no ser posible, se muestreará en una llave interior, siempre que visualmente las condiciones higiénicas del punto sean adecuadas. Para los tanques de almacenamiento se tomarán del grifo presente en ellos, o en caso de ausencia, empleando una pita amarrada a la boca del frasco, la cual debe ser estéril para muestras microbiológicas.
- Drenaje de la tubería: abrir completamente el grifo y dejar correr el agua al menos un minuto; si la apariencia del agua lo requiere, el tiempo puede prolongarse pero no más de 5 minutos. Si pasado este tiempo, aún la apariencia del agua no es adecuada, se procede a recolectar la muestra.
- Recolección de muestra para análisis físico-químicos: se recolecta en frasco plástico cuyo volumen será función de los parámetros a analizar y que habitualmente es de 250 mL para turbiedad, pH y color y de 500 a 1000 mL para los análisis "mínimos". Se enjuaga 2-3 veces el frasco con el agua a muestrear y finalmente se llena y tapa.
- Conservación y almacenaje: inmediatamente recolectadas, las muestras se almacenan en una nevera portátil para su traslado al Laboratorio.

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:

Aguas residuales:

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

Aguas naturales:

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

Etapas a seguir:

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 el cliente. 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.

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.

Ejecución del muestreo:

Identificación de las muestras y registro de las condiciones de muestreo: cada frasco será rotulado con el nombre del punto de muestreo y para clientes externos, con el nombre de estos. En la(s) planilla(s) de muestreo correspondiente, se consignará toda la información necesaria como fecha y hora de recolección, tipo de muestra (puntual o compuesta), parámetros medidos en el sitio y cualquier observación que contribuya a esclarecer las condiciones de la

muestra. En lo posible se recomienda establecer puntos de muestreo permanentes, tratando de asegurar condiciones de muestreo reproducibles.

Determinación de parámetros in situ: se medirán directamente en el cuerpo de agua. En los casos que esta operación se dificulte y se obtenga una muestra con algún dispositivo de muestreo (como frasco, botella muestreadora o balde), estos parámetros deben medirse a la mayor prontitud posible directamente en dicho dispositivo para así minimizar cualquier error.

Muestras puntuales: se recolectarán directamente en los frascos asignados o con el dispositivo de muestreo adecuado, según resulte más conveniente. Antes de ser llenados, los frascos deben ser enjuagados por lo menos tres veces con la muestra a analizar, siempre y cuando no tengan preservativo o estén previamente esterilizados, en cuyos casos, se omite el enjuague. Cuando eventualmente deba obtenerse la muestra en el frasco y esto resulte irrealizable, se obtendrá una alícuota del dispositivo de muestreo empleado, previo a medición de parámetros in situ y/u obtención de otras alícuotas. Toda situación que se desvíe del procedimiento de muestreo establecido, debe consignarse en la planilla de muestreo.

Muestras compuestas: se observarán las precauciones descritas previamente para las muestras puntuales. Las muestras compuestas se preparan mezclando varias muestras puntuales o mediante la recolección de una fracción continua de la descarga o cuerpo de agua a muestrear; las porciones individuales se recogen a intervalos de tiempo previamente establecidos, preferiblemente en envases de boca amplia y volumen en función de los análisis a realizar.

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 coleccionar 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.

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.

Obtención de muestras compuestas en función del flujo o caudal:

Para cada parámetro (o grupo de estos), en función del volumen total de muestra a recolectar, acondicionar tantos frascos de dicho volumen como alícuotas deban obtenerse. Al obtener cada alícuota en el tiempo establecido, consignar el caudal, coleccionar el volumen total del frasco y preservar la muestra según lo establecido en la IE correspondiente (por ejemplo, refrigeración y/o adición de preservante). Una vez concluido el muestreo y con base a los resultados del caudal, se procederá a preparar la muestra compuesta. Para fines prácticos, esta operación puede realizarse en el laboratorio.

Para determinar los volúmenes a mezclar de cada una de las alícuotas, aplicar la siguiente fórmula:

$$v_i = (q_i * V) / (Q * n)$$

Donde:

v_i = volumen de la alícuota en el tiempo t_i

q_i = caudal en el tiempo t_i

V = volumen total de muestra

Q = caudal promedio total

n = número de alícuotas

Bibliografía

- Garay, J.A., J.M. Betancourt, G. Ramirez, B. Marín. B. Cadavid, L Panizzo, L. Lesmes, E. Sánchez, H. Lozano, y A. Franco. 2003. Manual de técnicas analíticas para determinación de parámetros fisicoquímicos y contaminantes marinos: aguas, sedimentos y organismos. INVEMAR, Santa Marta, 25-56 p. Norma Técnica Colombiana NTC-ISO 3650-5 "Calidad del agua. Vocabulario. Parte 5. 2007-03-21

- APHA, AWWA, WEF, "Standar Methods for the examination of water & waste water, 21st Edition, Centennial Edition, Washintong D.C, 2005.
- Norma Técnica Colombiana NTC-ISO 5667-1"Calidad del agua. Muestreo.Parte 1.Directrices para el diseño de programas y técnicas de muestreo, 2010-12-23

ANÁLISIS BÁSICOS

1. Potencial de Hidrogeno pH

El objetivo que se busca es determinar el pH de una muestra de agua.

1.1. Fundamento

El pH es un parámetro que mide la concentración de iones hidronio presentes en el agua. El pHmetro consta de un electrodo de vidrio que genera una corriente eléctrica proporcional a la concentración de protones de la solución y que se mide en un galvanómetro. La corriente puede transformarse fácilmente en unidades de pH o mV por diferentes procedimientos de calibrado. El valor del pH depende de la temperatura. El pHmetro se calibra potenciométricamente, con un electrodo indicador de vidrio y uno de referencia, (que pueden presentarse combinados en uno solo), utilizando patrones trazables.

1.2. Ámbito de Aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas: crudas, de proceso y tratadas, aguas residuales y naturales, incluidas las marinas. Entre sus objetivos está verificar el cumplimiento de la legislación vigente para aguas destinadas a diferentes propósitos (potable, consumo humano y doméstico previo tratamiento, recreativo) o para vertimientos a cuerpos de agua o alcantarillados.

1.3. Interferencias

El electrodo de vidrio está prácticamente libre de interferencias debido a turbiedad, color, material coloidal, salinidad (excepto a $\text{pH} > 10$), materiales oxidantes o reductores. El pH se ve afectado por la temperatura por efectos mecánicos y químicos, por lo que se debe indicar siempre a qué temperatura se realizó su medición. Los electrodos son muy sensibles y deben mantenerse sumergidos en agua potable o preferiblemente KCl 3M para electrodos combinados. Pueden fallar por arañazos, deterioro, o acumulación de restos sobre la superficie, que se puede mejorar por inmersión en HCl 0.1 N y NaOH 0.1N y posteriormente dejar sumergidos una noche en tampón $\text{pH} = 7.0$. Lavar con agua destilada antes de volver a utilizar.

1.4. Descripción de la metodología analítica

1.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

El pH preferiblemente debe determinarse *in situ*.

- No obstante, por cuestiones prácticas, en ocasiones se reciben muestras para realizarle su determinación. En este grupo se incluyen aquellas que son

recolectadas por el Laboratorio en la red de agua potable y otros muestreos. Una vez recibidas, debe dejarse que adquieran la temperatura ambiental del Laboratorio y determinarles el pH con la mayor brevedad posible.

- Las muestras pueden colectarse en los frascos plásticos o de vidrio utilizados para otros parámetros.
- En caso alguno, las muestras deben almacenarse para el día siguiente.

1.4.2. Equipos y materiales:

Sondas multiparamétricas o pHmetros

1.4.3. Reactivos:

Soluciones buffer o tampón de diferentes pH, preferiblemente 4.00, 7.00 y 10.00. Estas pueden estar ya listas o deben ser convenientemente diluidas según instrucciones del fabricante. En todo caso, deben ser trazables.

1.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

- Para mediciones in situ, el pH debe medirse directamente en el cuerpo de agua. En los casos que esta operación se dificulte y se obtenga una muestra con algún dispositivo de muestreo (como frasco, botella muestreadora o balde), debe medirse a la mayor prontitud posible directamente en dicho dispositivo para así minimizar cualquier variación.
- Operar el equipo que resumidamente consiste en: conectar el aparato, verificar o realizar su ajuste, introducir el electrodo en la muestra de agua, agitar ésta suavemente para garantizar su homogeneidad y facilitar el equilibrio entre electrodo y muestra, presionar el botón de medida, esperar que se estabilice el valor y leerlo. La agitación debe ser suave para minimizar entrada de dióxido de carbono que pudiera alterar el resultado.

1.5. Presentación de resultados

El resultado se obtendrá directamente de la pantalla del equipo y se expresará con dos cifras decimales.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 4-90 a 4-94, método 4500-H⁺.
-

2. Color

El objetivo es determinar el color verdadero o aparente de una muestra de agua.

2.1. Fundamento

El color en el agua resulta de la presencia en solución de diferentes sustancias como iones metálicos naturales, humus y materia orgánica disuelta. La expresión color se debe considerar que define el concepto de “color verdadero”, esto es, el color del agua de la cual se ha eliminado la turbiedad. El término “color aparente” engloba no sólo el color debido a sustancias disueltas sino también a las materias en suspensión y se determina en la muestra original sin filtrarla o centrifugarla. Esta contribución puede resultar importante en algunas aguas residuales industriales, casos en que ambos colores deben ser determinados. El color puede determinarse por espectrofotometría o por comparación visual. Este último resulta más sencillo y consiste en la comparación de la muestra con soluciones coloreadas de concentraciones conocidas. El método estandarizado utiliza patrones de platino cobalto y la unidad de color (UC) es la producida por 1 mg/L de platino en la forma de ion cloroplatinato.

2.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a prácticamente todos los tipos de aguas. Para las potables se facilita su determinación por la habitual baja turbiedad que presentan.

2.3. Interferencias

La turbiedad, incluso ligera, interfiere en la determinación del color verdadero. Ésta puede ser eliminada mediante filtración por membrana de 0.45 μm . El filtrado proporciona resultados reproducibles, pero en ocasiones puede eliminar parte del color real. Otra opción es la centrifugación, la cual evita interacciones con los materiales del filtro pero los resultados varían con la naturaleza de la muestra y el tiempo y velocidad de la centrifugación.

2.4. Descripción de la metodología analítica

2.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden colectarse en frascos plásticos o de vidrio. No existe método de preservación. Deben analizarse sin dilución y evitando alterar las condiciones originales como el pH, ya que el incremento del color es proporcional al del pH. Por lo tanto debe chequearse el pH y este debe estar entre 4 y 10, preferiblemente a pH 7 y se debe anotar el reajuste que se haga. Deben analizarse sin dilución y evitando alterar las condiciones originales como el pH. En caso de requerirse almacenamiento, hacerlo en la oscuridad a temperatura $\leq 6^\circ\text{C}$ por un tiempo máximo de 48 horas.

2.4.2. Equipos y materiales:

- Tubos Nessler de talle alto y 50 mL de capacidad (preferiblemente con tapa esmerilada que permita la observación a través de ellas sin necesidad de remoción)
- Gradillas de base blanca para los tubos Nessler

2.4.3. Reactivos:

Para la preparación de reactivos, patrones y muestras, se empleará agua desionizada. Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Solución patrón de 500 UC: adquirirla comercialmente.

2.4.4. Preparación de los patrones de color:

Con base a la tabla siguiente, pipetear cada uno de los volúmenes indicados en un tubo Nessler, enrasar en todos a la marca de 50 mL con agua desionizada, taparlos, agitar para uniformar y dejarlos reposar en la gradilla. Rotular cada tubo con el valor de color correspondiente.

Tabla 2. Patrones de color

Color (UC)	mL de Solución patrón
0	0
3	0.3
5	0.5
7	0.7
9	0.9
11	1.1
13	1.3
15	1.5
17	1.7
20	2.0
25	2.5
30	3.0
35	3.5
40	4.0
45	4.5
50	5.0

Fuente: Elaboración Propia

La determinación de color es un parámetro de control tanto en el agua potable (≤ 15 UC) como en las utilizadas para consumo humano y doméstico previo tratamiento. Así, el intervalo de concentraciones se estableció para obtener mayor exactitud en función de los requerimientos de la legislación.

Los patrones deben ser protegidos contra la contaminación y evaporación con el fin de garantizar su estabilidad, por lo que es aconsejable el empleo de tubos

Nessler con tapas esmeriladas. En estas condiciones, pueden ser utilizados durante dos-tres meses.

2.4.5. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

- Si las muestras han sido refrigeradas, dejarlas estabilizar a temperatura ambiente.
- Si existe turbiedad, decidir si se desea determinar color aparente o verdadero. Para este último, la muestra debe previamente ser centrifugada o filtrada por membrana de 0.45 µm.
- Llenar con la muestra un tubo Nessler hasta la marca de 50 mL y compararlo con los patrones mirando verticalmente hacia abajo a través de los tubos sobre una superficie blanca (como el fondo de la gradilla). Buscar el patrón que coincida con el color de la muestra o los dos patrones entre los que la muestra pueda situarse.
- Si el color excede 50 UC, diluir la muestra con agua desionizada hasta que sea posible situar el color entre el de dos patrones.

2.5. Presentación de resultados

Si la muestra no se filtra, reportar “color aparente” aunque haya sido necesario diluirla. Los resultados se expresarán en cifras con números enteros. Si la muestra coincide con el color del patrón, se reporta el valor de éste.

Si el color se encuentra entre el de dos patrones:

- menor de 3 UC: reportar < 3 UC
- en el intervalo de 3 a 17 UC: reportar el valor medio
- entre 17 y 50 UC: reportar el valor medio aproximado al entero superior.

Para muestras diluidas, calcule el color según:

$UC = (\text{color estimado de la muestra diluida} \times 50) / \text{mL de muestra tomados para la dilución.}$

Tabla 3. Reporte el resultado en números enteros aproximados

UC	Valor más cercano
1 - 50	1
51 - 100	5
101 - 250	10
251 - 500	20

Fuente: Elaboración propia

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. Washington DC, 2-1 a 2-3, método 2120 B.

- AENOR (1997) Calidad del agua. Medio Ambiente - Tomo 1. Recopilación de Normas UNE. Madrid, 190-200.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.

3. Olor

El objetivo de este método es determinar el olor de una muestra de agua.

3.1. Fundamento

Existen cuatro verdaderas sensaciones de sabor o gusto: agrio, dulce, salado y amargo. Todas las demás sensaciones que, por lo general, se atribuyen al sentido del gusto, son realmente olores aunque la sensación no se perciba hasta que el material se lleve a la boca. El agua pura es inodora, los olores ocurren en las aguas debido a la presencia de diferentes sustancias, generalmente orgánicas, aunque también producen olores algunas inorgánicas, como el sulfuro de hidrógeno.

Como las sustancias odoríferas se identifican, cuando existen, en concentraciones de unos cuantos miligramos por litro, y con frecuencia son de carácter químico complejo, por lo general no es práctico, y a menudo es imposible, su aislamiento e identificación químicas, por lo que la evaluación del olor depende únicamente del sentido del olfato. Las pruebas de sabor y olor son útiles como comprobación de la calidad del agua cruda y del agua tratada, para el control del olor en las diversas unidades de una planta potabilizadora, para la determinación de las dosis convenientes para el tratamiento, para verificar la efectividad de las diversas clases de tratamiento y como un medio para definir la fuente de contaminación. Los órganos del gusto y del olfato son notablemente sensibles pero no son precisos. Las personas varían mucho en su sensibilidad y aún la misma persona puede mostrar variaciones diarias en sus percepciones. A pesar de los esfuerzos realizados durante más de un siglo, aún no existe un método satisfactorio para caracterizar el olor, por lo cual las descripciones que se obtienen son cualitativas.

3.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas: crudas, de proceso y tratadas así como aguas naturales y residuales.

3.3. Interferencias

Ambiente contaminado con sustancias y reactivos que produzcan olor.

3.4. Descripción de la metodología analítica

3.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Cuando la muestra sea recolectada por personal del laboratorio, el olor debe determinarse in situ. No existe método de preservación. En los casos que la muestra sea obtenida por el cliente, deberá analizarse sin dilación y evitando alterar las condiciones originales como el pH.

3.4.2. Equipos y materiales:

Vasos de precipitados de borosilicato de 100-400 mL limpios.

3.4.3. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo. Las personas que realicen esta prueba no deben ser altamente sensibles pero tampoco insensibles.

Previo a realizar el ensayo, está prohibido ingerir alimentos o fumar.

- De no encontrarse la muestra a temperatura ambiente, dejarla atemperar.
- Transferir una porción no menor de 50 mL, a un frasco o vaso de precipitados de vidrio de 100-400 mL.
- Agitar la muestra.
- Olfatearla ligeramente.

3.5. Presentación de resultados

Teniendo en cuenta las posibles causas del olor, puede clasificarse en:

Tabla 4. Valoración de olores

Grado de olor	Valor
Aceptable	0
olor a humedad	1
olor a tierra	2
olor a fango	3
olor fétido	4
olor de acuerdo a materiales	alcohol, fenol, óxido, etc.

Fuente: Elaboración propia

En el reporte de resultados se consignará la descripción cualitativa. Para el reporte rutinario de los resultados internos, se consignará el valor numérico aunque en los informes finales se utilizará la descripción.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-11 y 2-12, método 2150 A.

4. Turbiedad

Se busca determinar la turbiedad presente en una muestra de agua.

4.1. Fundamento

La turbiedad de las aguas se debe a la presencia de material suspendido y coloidal como arcilla, limo, materia orgánica e inorgánica finamente dividida, plancton y otros organismos microscópicos. La turbiedad es una expresión de la propiedad óptica que hace que los rayos luminosos se dispersen y se absorban, en lugar de que se transmitan sin alteración a través de una muestra. No debe relacionarse la turbiedad con la concentración en peso de los sólidos en suspensión, pues el tamaño, la forma y el índice de refracción de las partículas, son factores que también afectan la dispersión de la luz. El método nefelométrico se basa en la comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra en condiciones definidas, con la intensidad de la luz dispersada por una solución patrón de referencia en idénticas condiciones. Cuanto mayor es la intensidad de la luz dispersada, más intensa es la turbiedad. El equipo empleado es un turbidímetro (nefelómetro), el cual ofrece la lectura directa de turbiedad en unidades nefelométricas de turbiedad (UNT).

4.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a prácticamente todos los tipos de aguas: crudas, de proceso, tratadas, residuales y naturales, incluyendo la de mar, siempre que estén libres de residuos y sedimentos gruesos que sedimenten rápidamente.

4.3. Interferencias

La vidriería sucia y la presencia de burbujas de aire, dan resultados erróneos. El color verdadero (debido a sustancias disueltas que absorben luz), causa falsos negativos. Para aguas tratadas, habitualmente este efecto no es significativo.

4.4. Descripción de la metodología analítica

4.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden colectarse en frascos plásticos o de vidrio. No existe método de preservación. Deben analizarse sin dilación y evitando alterar las condiciones originales como el pH. En caso de requerirse almacenamiento, este debe realizarse a 4°C en la oscuridad por un tiempo recomendado de 24 horas pero en ningún caso, superior a 48 horas.

4.4.2. Equipos y materiales:

Turbidímetro de mesa ó portátil.

4.4.3. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

- Si las muestras han sido refrigeradas, dejarlas estabilizar a temperatura ambiente.
- Si hay evidencias de floculación, romper los agregados por agitación.
- Las muestras no deben diluirse. El límite máximo del intervalo de trabajo (1000 ó 4000 UNT según el equipo), es suficientemente amplio para las muestras habituales.

4.5. Presentación de resultados

El resultado (en UNT), se obtendrá directamente de la pantalla del turbidímetro y se reportará con el criterio siguiente:

Tabla 5. Valores de turbiedad

Intervalo de UNT	Aproximación
0.0-1.0	0.05
1-10	0.1
10-40	1
40-100	5
100-400	10
400-1000	50
> 1000	100

Fuente: Elaboración propia

Si el valor excede el límite máximo de lectura del equipo, informar “> 4000 ó > 1000”.

4.6. Parámetros de calidad instrumentales según fabricante

4.6.1. Exactitud:

Para el turbidímetro Hach 2100N $\pm 2\%$ de la lectura más 0.01 UNT en el intervalo 0-1000 UNT y $\pm 5\%$ de la lectura en el intervalo 1000-4000 UNT basado en el patrón primario de formazina. Para el 2100P, $\pm 2\%$ de la lectura más la luz difusa en todo el intervalo de trabajo (0-1000 UNT).

4.6.2. Precisión como repetibilidad:

Para ambos equipos, el valor que sea mayor entre 1 % de la lectura ó 0.01 UNT.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. Washington DC, 2-8 a 2-11, método 2130 B.
- AENOR (1997) Calidad del agua. Medio Ambiente - Tomo 1. Recopilación de Normas UNE. Madrid, 165-174.
- Sadar, MJ (1998) Turbidity Science. Hach Company Technical Information Series. Booklet No. 11, 26 págs.
- Hach Company (1997) Hach Method 8195. Determination of turbidity by nephelometry. USEPA accepted method. Revision 1.0, 11págs.

- Hach Company (1995) Laboratory Turbidimeter Instruction Manual For Use With Software Version 1. Revision 6, 49 págs.

5. Conductividad – Salinidad

Se busca determinar conductividad eléctrica y salinidad a muestras de agua por método electrométrico.

5.1. Fundamento

La conductividad es una medida de la capacidad de una solución acuosa para transportar una corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones disueltos, sus concentraciones absolutas y relativas, su movilidad y su valencia y de la temperatura y la viscosidad de la solución. Este parámetro sirve para estimar el contenido total de constituyentes iónicos. La medición física practicada en una determinación en el laboratorio suele ser de resistencia medida en ohmios. En el Sistema Internacional de Unidades el recíproco del ohmio es el siemens (S) y la conductividad se expresa en mS/m, siendo la correspondencia $1\text{mS/m}=10\ \mu\text{mhos/cm}$. La salinidad que es adimensional, se concibió inicialmente como la determinación de la masa de sales disueltas en una masa dada de solución, pero esta determinación experimental mediante desecación, presenta dificultades a causa de las pérdidas de algunos componentes. La única manera real de determinar la salinidad real o absoluta de un agua natural es realizar un costoso análisis químico completo, cuya precisión no siempre es satisfactoria. Así, se optó por determinarla indirectamente a través de diferentes métodos, entre ellos, la conductividad. Este presenta la mayor precisión pero responde sólo a solutos iónicos.

5.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas: crudas, de proceso y tratadas, aguas residuales y naturales, incluidas las marinas. Para estas últimas, es preferible medir salinidad. Uno de sus objetivos básicos es verificar el cumplimiento de la legislación vigente para aguas potables en lo referente a la conductividad. En el control del agua potable distribuida, permite descubrir variaciones causadas por infiltraciones de aguas de mineralizaciones diferentes y a menudo, contaminadas. En las aguas residuales es necesario considerar que, a pesar de que se puedan presentar altas concentraciones de sólidos disueltos, los valores de conductividad pueden ser bajos porque las materias orgánicas y coloidales son, en general, malas conductoras de la corriente eléctrica.

5.3. 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.

5.4. Descripción de la metodología analítica

5.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

- Tanto salinidad como conductividad es preferible determinarlas *in situ*.
- Si es necesario coleccionarlas, es preferible hacerlo en frascos plásticos; de utilizar envases de vidrio, evitar que sean de vidrio sódico. Los frascos deben quedar bien cerrados y llenos para evitar el intercambio de gases. No se conoce agente de conservación adecuado. Las medidas deben hacerse lo antes posible una vez recogida la muestra, aunque éstas pueden conservarse hasta 28 días en refrigeración.

5.4.2. Equipos y materiales:

Conductímetros o sondas multiparamétricas (de mesa o portátil), aunque no todos permiten leer salinidad.

5.4.3. Reactivos:

- Solución estándar de Cloruro de Potasio 0.01 M: a 25°C posee una conductividad de 1412 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Puede adquirirse comercialmente o prepararse mediante disolución de 745.6 mg de KCl en agua desionizada y enrase a 1 L en matraz aforado y guardar en frasco plástico o de vidrio.
- En los equipos que sea posible y con el fin de obtener mayor exactitud, se recomienda calibrarlos con soluciones cuya conductividad se encuentre en el mismo intervalo que el esperado para las muestras.
- Soluciones de trabajo de concentración conocida: se estandarizan con el equipo previamente calibrado respecto a KCl 0.01 M y sirven para verificar su correcto funcionamiento.

5.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

- Para mediciones *in situ*, éstas deben realizarse directamente en el cuerpo de agua. En los casos que esta operación se dificulte y se obtenga una muestra con algún dispositivo de muestreo (como frasco, botella muestreadora o balde), debe medirse a la mayor prontitud posible directamente en dicho dispositivo para así minimizar cualquier variación.
- Al analizar muestras en el Laboratorio (como las de la red de agua potable), debe dejarse que previamente adquieran la temperatura ambiental.

- Para aguas residuales, donde la probabilidad de contaminar el electrodo puede ser importante, debe verificarse el funcionamiento del equipo mediante lectura frecuente de la solución de KCl.

5.5. Presentación de resultados:

Con la compensación automática de temperatura, la lectura se corrige automáticamente, por lo que debe informarse el resultado que aparece en la pantalla del equipo.

5.6. Parámetros de calidad del método

Intervalo de trabajo: el específico de cada equipo. Habitualmente este es lo suficientemente amplio cubriendo varios órdenes de magnitud, en conductividad desde $\mu\text{S/cm}$ hasta decenas de mS/cm y en salinidad hasta al menos 50.0.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-44 a 2-48, método 2510 y 2-48, método 2520.
- AENOR (1997) Calidad del agua. Medio Ambiente - Tomo 1. Recopilación de Normas UNE. Madrid, 175-189.
- Rodier, J (1990) Análisis de las aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Ediciones Omega, S. A., Barcelona, 51-56, 509, 609, 613-615.

6. Temperatura

El objetivo es determinar la temperatura de una muestra de agua.

6.1. Fundamento

La temperatura es un parámetro físico que afecta mediciones de otros como pH, alcalinidad o conductividad. Las temperaturas elevadas resultantes de descargas de agua caliente, pueden tener un impacto ecológico significativo por lo que la medición de la temperatura del cuerpo receptor, resulta útil para evaluar los efectos sobre éste.

6.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas: potables, residuales y superficiales, incluyendo las marinas.

6.3. Interferencias

No se reportan.

6.4. Descripción de la metodología analítica

6.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

No procede ya que la temperatura tiene que determinarse *in situ*.

6.4.2. Equipos y materiales:

- Cualquier equipo portátil para medir diferentes parámetros como conductímetro, oxímetro, pHmetro o sonda multiparamétrica, que permita la determinación simultánea de temperatura.
- La temperatura en estos equipos suele tener una resolución de ± 0.1 ó 0.01°C y el intervalo de medición va desde 0 hasta al menos 50°C , con lo cual logra abarcarse el intervalo habitualmente presente en las muestras.

6.4.3. Procedimiento:

La temperatura debe medirse directamente en el cuerpo de agua. En los casos que esta operación se dificulte y se obtenga una muestra con algún dispositivo de muestreo (como frasco, botella muestreadora o balde), la temperatura debe medirse a la mayor prontitud posible directamente en dicho dispositivo para así minimizar cualquier error.

6.5. Presentación de resultados

El resultado se obtendrá directamente en la pantalla del equipo con una o dos cifras decimales. Al reportarlo, si el objetivo de la medición exige mayor exactitud, para el equipo en cuestión debe consultarse la calibración vigente, la cual se realiza periódicamente respecto a un dispositivo calibrado (RTD).

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-61 y 2-62, método 2550.
- Rodier, J (1990) Análisis de las aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Ediciones Omega, S. A., Barcelona, 59-60.

ANÁLISIS VOLUMÉTRICOS

1. Alcalinidad

Se busca determinar a una muestra de agua los distintos tipos de alcalinidad: total, a la fenolftaleína, de hidróxidos, de carbonatos y de bicarbonatos.

1.1. Fundamento

La alcalinidad de un agua es su capacidad para neutralizar ácidos y es la suma de todas las bases titulables. Por lo general se debe fundamentalmente a su contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos aunque otras sales o bases también contribuyen a la alcalinidad. Su valor puede variar significativamente con el pH del punto final. La muestra se valora con una solución de ácido mineral fuerte hasta pH 8.3 y 4-5. Estos puntos finales determinados visualmente mediante indicadores adecuados, son los puntos de equivalencia seleccionados para la determinación de los tres componentes fundamentales. Con el indicador de fenolftaleína, el pH 8.3 está próximo al punto de equivalencia para las concentraciones de carbonato y dióxido de carbono y representa la valoración de todo el hidróxido y la mitad del carbonato, mientras que el pH inferior (4-5) está próximo al punto de equivalencia para el ión hidrógeno y el bicarbonato y permite determinar la alcalinidad total.

1.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas.

1.3. Interferencias

Al igual que para la acidez, durante la toma de muestras, el almacenaje e incluso la valoración, pueden perderse o ganarse gases disueltos que contribuyen a la alcalinidad. Es conveniente reducir al mínimo estos efectos, titulando inmediatamente después de abrir el recipiente, evitando agitación o mezcla vigorosa y no dejando que alcance una temperatura superior a la de recolección. En muestras fuertemente coloreadas o turbias puede enmascarse el cambio de color en el punto final y es recomendado el método potenciométrico. El cloro residual puede blanquear el indicador, por lo que debe eliminarse añadiendo tiosulfato de sodio previo a la valoración. La interferencia de carbonatos asociados a la materia en suspensión, puede reducirse por filtración previa a la valoración.

1.4. Descripción de la metodología analítica

1.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden colectarse en frascos plásticos o de vidrio borosilicatado de no menos de 200 mL, 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, hacerlo a temperatura $\leq 6^{\circ}\text{C}$ por un tiempo máximo de 48 horas.

1.4.2. Equipos y materiales:

- Bureta
- Erlenmeyers de vidrio, preferiblemente de 200-300 mL
- Agitador magnético

1.4.3. Reactivos:

Para la preparación de reactivos, patrones y muestras, se empleará agua desionizada.

Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Solución de ácido sulfúrico 1.0 N: preparar esta solución de acuerdo a las indicaciones del fabricante y guardar en frasco ámbar. Esta solución es estable por seis meses.
- Solución de H_2SO_4 0.02 N: pipetear 20 mL de la solución de ácido sulfúrico 1.0 N a un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua. Esta solución es estable por seis meses.
- Carbonato de sodio anhidro 0.02 N: secar algunos gramos de Na_2CO_3 anhidro a 250°C por cuatro horas, enfriar en desecador, pesar 1.060 g, disolver en agua y diluir a 1000 mL en matraz aforado. Esta solución es estable por un mes si se almacena entre 4 y 8°C .
- Indicador Mixto (verde de bromocresol-rojo de metilo): pesar 0.02 g de rojo de metilo y 0.1 g de verde de bromocresol sal sódica y disolverlos en 100 mL de alcohol etílico (95%) o alcohol isopropílico. Almacenar en un frasco de vidrio ámbar.
- Solución hidroalcohólica indicadora de fenolftaleína al 0.5% (pH 8.3): pesar 0.5 g de fenolftaleína y disolverlos en 50 mL de alcohol etílico de 95% y diluir a 100 mL con agua.
- Solución de tiosulfato de sodio 0.1 M: disolver 2.5 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ y diluir a 100 mL con agua.

1.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Titulación de la solución de ácido sulfúrico 0.02 N:

Debe realizarse cada vez que se prepare esta solución y después mensualmente mientras no se agote. "Control de soluciones de titulación".

Pipetear 10 mL de solución de Na_2CO_3 0.02 N en un erlenmeyer de 250 mL y añadir 3 gotas de indicador mixto, que le dará color azul brillante. Titular a pH 4.6, dejando caer la solución de ácido sulfúrico 0.02 N gota a gota mientras se mantiene la muestra en agitación hasta vire de color rosa claro. A diferentes pH la muestra tendrá los siguientes colores:

pH = 4.6	rosa claro
pH = 4.8	gris rojizo
pH = 5.0	azul claro
pH = 5.2	azul verdoso

Anotar los mL consumidos. El volumen consumido debe ser cercano a 10 mL. Un mL de la solución de H_2SO_4 0.02 N es equivalente a 1.00 mg de CaCO_3 .

$$\text{Cálculos: } V1 \times N1 = V2 \times N2$$

Donde:

V1 = Volumen de ácido sulfúrico

N1 = Normalidad del ácido sulfúrico

V2 = Volumen de carbonato de sodio

N2 = Normalidad del carbonato de sodio

Realizar al menos dos réplicas que resulten coincidentes (diferencia máxima de 0.1 mL en los volúmenes gastados) y considerar el valor promedio.

El criterio previo de analizar réplicas, también se aplica a las muestras.

Determinación de alcalinidad en muestras:

- Ajustar la temperatura de la muestra a la temperatura ambiente.
- Pipetear 50 mL de muestra en un erlenmeyer manteniendo la punta de la pipeta cerca del fondo del matraz.
- Para muestras de agua tratada que contengan cloro residual, añadir una gota de solución de tiosulfato de sodio 0.1M.
- Se puede determinar la alcalinidad total o la alcalinidad a la fenolftaleína:
 - Para alcalinidad total: añadir 3 gotas de indicador mixto y titular con ácido sulfúrico 0.02 N hasta color rosa claro. Anotar los mL de solución titulante consumidos.
 - Para alcalinidad a la fenolftaleína: adicionar 2 a 3 gotas de indicador fenolftaleína y titular con ácido sulfúrico 0.02 N hasta desaparición de color. Anotar los mL de solución titulante consumidos. Si el pH de la muestra no es suficiente para colorearla de rosado al añadir el indicador, reportar como cero la alcalinidad a la fenolftaleína.

- Se puede determinar ambas alcalinidades sobre la misma muestra, para lo cual se determina primero a la fenolftaleína (B) y después la total (A); para esta última, el volumen a considerar será la suma del consumido en las dos etapas.

A criterio del analista, cuando la alcalinidad sea > 200, el duplicado puede realizarse a partir de una alícuota y el resultado se aceptará si el coeficiente de variación no supera el 5%.

1.5. Cálculos y presentación de resultados

Cálculos:

$$\text{Alcalinidad como mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times N \times 50 \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde:

A = mL de ácido sulfúrico gastados en la titulación

N = normalidad del ácido sulfúrico

Con los resultados de las determinaciones de la alcalinidad total y de la alcalinidad a la fenolftaleína, se puede obtener la clasificación estequiométrica de las tres formas principales de alcalinidad que se encuentran en muchas aguas:

1. Hay alcalinidad de Carbonatos (CO_3^{2-}) cuando la alcalinidad a la fenolftaleína no es nula pero es menor que la total.
2. Hay alcalinidad de Hidróxidos (OH^-) cuando la alcalinidad a la fenolftaleína es mayor de la mitad de la total.
3. Hay alcalinidad de Bicarbonatos (HCO_3^-) cuando la alcalinidad a la fenolftaleína es menor de la mitad de la total.

Tabla 6. Relaciones de alcalinidad

Resultado de la Titulación	Alcalinidad de Hidróxidos	Alcalinidad de Carbonatos	Alcalinidad de Bicarbonatos
F = 0	0	0	T
F < ½ T	0	2 F	T - 2 F
F = ½ T	0	2 F	0
F > ½ T	2 F - T	2 (T - F)	0
F = T	T	0	0

Fuente: Elaboración Propia

Donde:

F= Alcalinidad a la fenolftaleína

T= Alcalinidad Total

Los resultados se emitirán redondeados a la unidad y especificando el indicador empleado:

“La alcalinidad a pH ____ = ____ mg CaCO₃/L”.

Los resultados < 20 mg CaCO₃/L sólo deben considerarse como indicativos e informarse como tal. Si se requiere conocer el valor, debe emplearse el método potenciométrico para baja alcalinidad.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-27 a 2-29, método 2320.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.
- ASTM (1995) Standard Test Methods for Acidity or Alkalinity of Water D 1067-92, Philadelphia, 7 páginas.
- AENOR (1997) Calidad del agua. Medio Ambiente - Tomo 1. Recopilación de Normas UNE. Madrid, 201-212.

2. Acidez

El objetivo es determinar la acidez de una muestra de agua.

2.1. Fundamento

La acidez de un agua es su capacidad cuantitativa para reaccionar con una base fuerte hasta un pH designado. Por tanto, su valor puede variar significativamente con el pH final utilizado en la valoración. Se puede deber a la presencia entre otros, de dióxido de carbono no combinado, de ácidos minerales o de sales de ácidos fuertes y bases débiles. En muchas aguas naturales, que se usan para propósitos potables, existe un equilibrio entre carbonato, bicarbonato y dióxido de carbono. Los contaminantes ácidos que entran a los abastecimientos de aguas en cantidad suficiente, pueden alterar el equilibrio carbonato - bicarbonato - dióxido de carbono y se pueden estimar por titulación con un álcali valorado a los virajes de pH de 3.7 y 8.3. Los iones hidrogeniones presentes en una muestra de agua como resultado de la disociación o hidrólisis de los solutos reaccionan a la adición de un álcali estándar. Idealmente, el punto final es el punto de equivalencia estequiometría para la neutralización de todos los ácidos presentes. En la titulación de una especie ácida el punto final más exacto se obtiene a partir del punto de inflexión de una curva de titulación aunque para las titulaciones rutinarias de acidez, se puede utilizar como punto final el cambio de color de un indicador.

2.2. Ámbito de aplicación

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 .

2.3. 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.

2.4. Descripción de la metodología analítica

2.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

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.

2.4.2. Equipos y materiales:

- Bureta de vidrio o digital de 25 - 50 mL
- Vidriería de borosilicato de uso corriente, lavada con agua y detergente, enjuagados con abundante agua potable y con agua destilada.

2.4.3. Reactivos:

Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Agua libre de dióxido de carbono (LDC): prepare todas las soluciones patrones y las diluciones con esta agua, que se obtiene hirviendo agua destilada durante 15 minutos y enfriando a temperatura ambiente; debe tener $\text{pH} \geq 6$.
- Solución Titrisol de hidróxido de sodio 1.0 N: preparar esta solución de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Esta solución se debe guardar en frasco plástico y es estable por seis meses.
- Solución de NaOH 0.02 N: pipetear 2 mL de la solución Titrisol de hidróxido de sodio 1.0 N a un matraz aforado de 100 mL y enrasar con agua destilada. Guardar hasta seis meses en frasco plástico con cierre hermético para protegerlo del CO_2 atmosférico.
- Solución de ftalato de potasio 0.02 N: secar algunos gramos de ftalato de potasio anhidro ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), a 120 °C por dos horas, enfriar en desecador, pesar 4.0850 g, disolver en agua destilada y diluir a 1000 mL en matraz aforado. Guardar en frasco de vidrio hasta por seis meses.
- Solución hidroalcohólica indicadora de fenolftaleína al 0.5% (pH 8.3): pesar 0.5 g de fenolftaleína, disolverlos en 50 mL de alcohol etílico de 95% y diluir a 100 mL con agua destilada.
- Solución indicadora de azul de bromofenol al 0.1% (pH 3.7): pesar 0.1 g de azul de bromofenol, sal sódica y disolverlos en 100 mL de agua destilada.
- Solución de tiosulfato de sodio 0.1 M: disolver 2.5 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ y diluir a 100 mL con agua destilada.

2.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Titulación de la solución de hidróxido de sodio 0.02 N:

Debe realizarse cada vez que se prepare esta solución y también cuando se vaya a realizar el análisis, si han transcurrido más de quince días de la titulación previa.

Pipetear 10 mL de solución de Ftalato de Potasio 0.02 N y 50 mL de agua destilada en un erlenmeyer de 250 mL. Agregar 50 ml de agua destilada y dos gotas de indicador de fenolftaleína, titular con solución de hidróxido de sodio 0.02 N hasta coloración rosa pálida persistente.

Un mL de la solución de NaOH 0.02 N es equivalente a 1.0 mg de CaCO_3 .

Cálculos: $V1 \times N1 = V2 \times N2$

Donde:

- V1 = volumen de hidróxido de sodio
- N1 = normalidad del hidróxido de sodio
- V2 = volumen de ftalato de sodio
- N2 = normalidad del ftalato de sodio

Realizar al menos dos réplicas que resulten coincidentes (diferencia máxima de 0.1 mL en los volúmenes gastados) y considerar el valor promedio.

Determinación de acidez en muestras de agua:

- Ajustar la temperatura de la muestra a la temperatura ambiente.
- Pipetear 100 mL de muestra en un matraz erlenmeyer de 250 mL manteniendo la punta de la pipeta cerca del fondo del matraz.
- Para muestras de agua tratada que contengan cloro residual, añadir una gota de solución de tiosulfato de sodio 0.1M.
- Añadir 3-5 gotas de indicador de fenolftaleína.
- Titular con solución NaOH 0.02N sobre una superficie blanca hasta conseguir un cambio de color rosado persistente característico del punto equivalente.
- Anotar los mL de solución titulante consumidos.

Esto es válido para determinar la acidez a pH 8.3. Si se quiere hacer a pH 3.7, se procede de igual forma sustituyendo el indicador por azul de bromofenol.

2.5. Presentación de resultados

Cálculos:

$$\text{Acidez como mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times N \times 50000}{\text{mL muestra}}$$

A = mL de hidróxido de sodio gastados en la titulación

N = normalidad del hidróxido de sodio

Los resultados se emitirán redondeados a la unidad y especificando el indicador empleado:

“La acidez a pH_____ = _____ mg CaCO₃/L”.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (1998) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th Edition. New York, 2-24 a 2-26, método 2310.
- ASTM (1995) Standard Test Methods for Acidity or Alkalinity of Water D 1067-92, Philadelphia, 7 páginas.

3. Durezas

Determinar por titulometría con EDTA, las durezas total, de calcio y/o de magnesio, y la concentración de calcio y/o magnesio en una muestra de agua.

3.1. Fundamento

En la práctica se define la dureza total del agua como la suma de las concentraciones de iones calcio y magnesio expresado como carbonato de calcio en mg/L. El método titulométrico se basa en la capacidad que tiene la sal sódica del ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) para formar complejos de quelato solubles al añadirse a soluciones de algunos cationes metálicos. Al determinar la Dureza Total, el pH de la solución debe estar alrededor de 10, para lo cual se adiciona la solución tampón de dureza y como indicador el Negro de Eriocromo T, que causa una coloración rojo vino. La adición de EDTA como titulante acompleja los iones calcio y magnesio y en el punto final de la titulación, la solución vira a color azul. Para asegurar un satisfactorio punto final, tiene que existir Mg, el cual se introduce en el tampón. Aunque la agudeza del punto final se incrementa con el pH, éste no puede incrementarse indefinidamente pues precipitaría carbonato de calcio o hidróxido de magnesio. Para la Dureza de Calcio se utiliza como alcalinizante el hidróxido de sodio para llevar el pH a un alto nivel con el fin de precipitar el magnesio y poder determinar el calcio, utilizando Murexida como indicador, que forma con el EDTA un punto final de color violeta definido. La Dureza de Magnesio se determina por diferencia entre la Dureza Total y la de Calcio. El Calcio y el Magnesio se determinan por cálculos provenientes de las Durezas de Calcio y Magnesio, respectivamente.

3.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas, siempre que no sean altamente coloreadas, salinas o con altos contenidos de metales. Las aguas residuales o contaminadas deben someterse previamente a una digestión ácida.

3.3. Interferencias

A las concentraciones habitualmente encontradas en nuestras aguas crudas y tratadas, no interfieren otras sustancias.

3.4. Descripción de la metodología analítica

3.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden recolectarse en frascos de plástico o vidrio. Se recomienda analizar sin dilución aunque pueden preservarse a $\text{pH} < 2$ con ácido nítrico o ácido sulfúrico y almacenarse por un tiempo no mayor de seis meses sin necesidad de refrigeración. No obstante, puede refrigerarse la muestra si otros analitos así lo requieren.

3.4.2. Equipos y materiales:

- Bureta
- Erlenmeyers de vidrio, preferiblemente de 200-300 mL
- Agitador magnético

3.4.3. Reactivos:

Para la preparación de reactivos, patrones y muestras, se empleará agua desionizada. Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Solución EDTA 0.01M: utilizar la Solución Titrisol Titriplex III 0.1 M; pipetear 100 mL de esta solución Titrisol a un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua. Pueden emplearse otras soluciones comerciales de EDTA.Na 0.01M valoradas.
- Como alternativa: pesar 3.723g de la sal sódica del ácido etilendiaminotetraacético dihidratado (EDTA- $\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) y 0.4 g de NaOH y disolverlo con agua enrasando en matraz aforado de 1000 mL. En cualquier caso, hay que estandarizar con solución estándar de Ca; un mL de solución EDTA 0.0100 M equivale a 1000 μg CaCO_3 (ó 400.8 μg Ca)/mL. Guardar en frasco de vidrio borosilicatado o de plástico. Es estable por varias semanas pero para compensar el posible deterioro gradual, debe estandarizarse mensualmente. Los resultados se registran en el correspondiente FR_311 "Control de soluciones de titulación".
- Solución de Calcio Estándar 0.01 M: pesar 1.0000 g de carbonato de calcio anhidro (CaCO_3), previamente secado a 120°C por dos horas y colocarlo en un erlenmeyer de 500 mL. Colocar un embudo en el cuello del frasco y adicionar poco a poco HCl 1:1 hasta disolver el carbonato de calcio. Añadir 200 mL de agua destilada y hervir por algunos minutos (2-4) para expulsar el CO_2 . Enfriar y añadir 2 gotas de rojo de metilo. Ajustar el color a naranja añadiendo gotas de HCl 1:1 o de NH_4OH 3N. Trasvasar a un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua. Un mL de esta solución contiene 1.00 mg de CaCO_3 . Guardar en frasco de vidrio hasta seis meses.
- Solución Tampón para Dureza Total: pesar y disolver 16.9 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) en 143 mL de hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH). Añadir 1.25 g de sal de magnesio de EDTA. Enrasar con agua en matraz aforado de 250 mL.
- Solución de hidróxido de sodio 1 N: pesar 40 g de NaOH en lentejas y disolverlos con agua en balón aforado de 1000 mL.
- Solución de ácido clorhídrico 1:1: tomar 100 mL de HCl concentrado y completar a 200 mL con agua en balón aforado.
- Indicador Negro de Eriocromo T: pesar 0.5 g de polvo Negro de Eriocromo T y mezclarlos íntimamente con 100 g de cloruro de sodio finamente pulverizado y seco. Guardar en una botella oscura, su estabilidad es al menos de un año.
- Indicador de Murexida: pesar 0.2 g de polvo Murexida (purpurato de amonio) y mezclarlos íntimamente con 100 g de NaCl finamente pulverizado y seco. Conservar por seis meses.

3.4.2. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Titulación del EDTA 0.01M:

Dejar que la solución estándar de Ca alcance la temperatura ambiente y pipetear 10 mL de la misma a un matraz erlenmeyer de 250 mL, agregar 40 mL de agua desionizada y 1 mL de solución tampón (para garantizar pH próximo a 10). Añadir 1 cucharilla de Indicador Negro de Eriocromo T (la solución tomará color rojo vino). Titular con solución EDTA hasta viraje a color azul suave.

Cálculos:

$$V (\text{CaCO}_3) \times M (\text{CaCO}_3) = V (\text{EDTA}) \times M (\text{EDTA})$$

Realizar al menos dos réplicas que resulten coincidentes (diferencia máxima de 0.1 mL en los volúmenes gastados) y considerar el valor promedio.

El criterio previo de analizar réplicas, también se aplica a las muestras.

Determinación de dureza total en muestras:

- Dejar que la muestra alcance la temperatura ambiente.
- Pipetear 50 mL de muestra a un erlenmeyer.
- Añadir 1 mL de solución tampón y una cucharilla de Indicador Negro de Eriocromo T (la solución tomará color rojo vino).
- Titular con solución EDTA hasta viraje a color azul suave.

Determinación de dureza de calcio en muestras:

- Dejar que la muestra alcance la temperatura ambiente.
- Pipetear 50 mL de muestra a un erlenmeyer.
- Añadir 1 mL de solución NaOH 1N y verificar que el pH sea 12-13. De ser necesario, añadir otro mL de NaOH; añadir una cucharilla de Indicador de Murexida (la solución tomará color rosado).
- Titular inmediatamente con solución EDTA (ya que el indicador es inestable en medio básico) hasta color violeta definido; anotar el volumen de EDTA consumido y añadir 1-2 gotas en exceso para verificar que no ocurre cambio de color adicional.

3.5. Control de calidad:

Rutinariamente se realiza mediante gráfico de control, cuya vigencia será de seis meses que es el tiempo de conservación de la muestra.

- Recolectar 2.5 L de agua tratada en frasco de vidrio ámbar, preservar adecuadamente y rotular el frasco como "Dureza - Muestra para gráfico de control".
- Realizar diez análisis, a razón de uno diario, en el menor intervalo de tiempo posible; registrar los resultados en el cuaderno de trabajo.
- Construir el gráfico de control con los resultados previamente obtenidos.
- Realizar una muestra semanal hasta cumplir seis meses de recolectada la muestra.
- Una vez desechada ésta, comenzar un nuevo gráfico repitiendo las etapas 1 a 4.

3.6. Cálculos y presentación de resultados

Cálculos:

Dureza total:

$$\text{Dureza total como mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times M \times 100000}{\text{mL de muestra}}$$

Dureza de Calcio:

$$\text{Dureza de Ca como mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times M \times 100000}{\text{mL de muestra}}$$

Para ambas:

A = mL de EDTA gastados en la titulación

M = molaridad del EDTA

Para 50 mL de muestra, volumen habitualmente utilizado, se simplifica a:

$$\text{Dureza (total o de Ca) como mg CaCO}_3/\text{L} = A \times M \times 2000$$

En caso de utilizar diluciones:

$$\text{Dureza (total o de Ca) como mg CaCO}_3/\text{L} = A \times M \times 2000 \times Fd$$

Siendo Fd: factor de dilución

Dureza de Magnesio:

$$\text{Dureza de Magnesio} = \text{Dureza Total} - \text{Dureza de Calcio}$$

Calcio:

$$\text{mg Ca/L} = \text{Dureza de Calcio} / 2.5 \quad \text{ó}$$

$$\text{mg Ca/L} = [A \times 40.08 \times M \times 1000] / \text{mL de muestra}$$

Magnesio:

$$\text{mg Mg/L} = \text{Dureza de Magnesio} / 4.12 \quad \text{ó}$$

$$\text{mg Mg/L} = \text{Dureza de Magnesio} \times 0.243$$

Todos los resultados se expresan en mg/L y redondeados a la unidad.
Para las durezas se expresan en mg CaCO₃/L.

Cuando el resultado sea < 5 mg/L, consultar el límite de detección vigente o calcularlo en el momento del ensayo.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-37 a 2-39, método 2340 C; 3-65 y 3-66, método 3500-Ca B; 3-83 y 3-84 método 3500-Mg B.
- ASTM (1995) Standard Test Methods for Calcium and Magnesium In Water D 511-93, Philadelphia, 6 páginas.

4. Cloruros

Se busca determinar la concentración de iones cloruros de una muestra de agua.

4.1. Fundamento

El ion cloruro es uno de los principales aniones de las aguas, incluidas las aguas negras. En concentraciones altas, el cloruro puede impartir al agua un sabor salino. Existen varios métodos para su determinación y de ellos, el argentométrico es aconsejado para aguas relativamente claras con concentraciones de Cl^- de 5 mg/L o mayores y donde 0.15 a 10 mg del anión estén presentes en la porción valorada. En una solución neutra o ligeramente alcalina, el cromato de potasio puede indicar el punto final de la valoración de cloruros con nitrato de plata. Se produce la precipitación cuantitativa de cloruro de plata y posteriormente, la de cromato de plata de color rojo ladrillo.

4.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas.

4.3. Interferencias

A las concentraciones normalmente encontradas en agua potable, no interfieren otras sustancias. Bromuros, yoduros y cianuros ocasionan una interferencia positiva al valorarse como equivalentes a cloruros. Ortofosfato en concentraciones superiores a 25 mg/L precipita fosfato de plata y el hierro por encima de 10 mg/L enmascara el punto final.

4.4. Descripción de la metodología analítica

4.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

- Las muestras pueden colectarse en frascos de plástico o vidrio. Se recomienda analizar sin dilación aunque pueden almacenarse durante 28 días sin necesidad de preservante ni refrigeración. No obstante, puede refrigerarse la muestra si otros analitos así lo requieren.

4.4.2. Equipos y materiales:

- Bureta
- Erlenmeyers de vidrio, preferiblemente de 200-300 mL
- Agitador magnético

4.4.3. Reactivos:

Para la preparación de reactivos, patrones y muestras, se empleará agua desionizada. Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Solución Titrisol de nitrato de plata 0.1 N: preparar esta solución de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Esta solución se debe guardar en frasco ámbar de vidrio por un máximo de un año.
- Solución titulante de nitrato de plata 0.01 N: pipetear 100 mL de solución Titrisol de nitrato de plata 0.1 N a un matraz aforado de 1000 mL y enrasar con agua. Esta solución se debe guardar en frasco ámbar y es estable por seis meses. Como alternativa pudiera pesarse 1.699 g de nitrato de plata (AgNO_3), disolverlo y enrasar con agua en un matraz aforado de 1000 mL. Es aconsejable preparar volúmenes tales que se consuman en no más de 15 días con el fin de evitar la alteración de la concentración. Guardar en frasco ámbar. En cualquiera de los dos casos se debe titular con solución de cloruro de sodio.
- Solución indicadora de cromato de potasio: pesar 5.0 g de K_2CrO_4 y disolver en 50 mL de agua. Añadir AgNO_3 entre 1 ó 2 % hasta obtener un precipitado rojo permanente. Dejar reposar al menos 24 horas, filtrar y llevar a 100 mL con agua destilada.
- Solución estándar de cloruro de sodio 0.01 N: secar algunos gramos de NaCl a 140°C por dos horas, enfriar en desecador, pesar 584.39 mg, disolver en agua y diluir a 1000 mL en matraz aforado. Un mL de esta solución es equivalente a 355 μg de cloruro. Puede almacenarse a temperatura ambiente en frasco ámbar durante seis meses.

4.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Titulación del nitrato de plata:

Debe realizarse cada vez que se prepare esta solución y después quincenalmente mientras no se agote. Pipetear 10 mL de solución de NaCl 0.01 N a un matraz erlenmeyer de 250 mL y agregar 50 mL de agua desionizada. Determinar el pH de la muestra y si éste no se encuentra en el intervalo 7-10, ajustar al mismo por adición de gotas de NaOH 0.02 N ó H_2SO_4 0.02 N. Añadir 1 mL de solución indicadora de K_2CrO_4 .

Titular con la solución de AgNO_3 hasta punto final de color amarillo rojizo.

$$\text{Cálculos: } V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

V_1 = volumen de nitrato de plata

N_1 = normalidad de solución de nitrato de plata

V_2 = volumen de cloruro de sodio

N_2 = normalidad de solución de cloruro de sodio

Realizar al menos dos réplicas que resulten coincidentes (diferencia máxima de 0.1 mL en los volúmenes gastados) y considerar el valor promedio.

El criterio previo de analizar réplicas, también se aplica a las muestras.

Determinación de cloruros en muestras:

- Con el fin de conocer aproximadamente el rango de concentración de los cloruros, medir previamente la conductividad. En función de ésta, de ser necesario, realizar al menos una dilución y aceptar los resultados si el coeficiente de variación no supera el 5%.
- En un erlenmeyer, pipetear 50 mL de muestra o una alícuota adecuada y diluida a 50 mL.
- Determinar el pH de la muestra y si éste no se encuentra en el intervalo 7-10, ajustar al mismo por adición de gotas de NaOH 0.02 N o H₂SO₄ 0.02 N.
- Añadir 1 mL de solución indicadora de K₂CrO₄, la cual dará a la muestra un color amarillo brillante.
- Valorar con la solución titulante de nitrato de plata 0.01 N, manteniendo la muestra en agitación permanente hasta que el color vire a amarillo rojizo. Anotar los mL de solución titulante consumidos. Continuar la valoración hasta color rojo ladrillo para confirmar el punto final.
- Hacer un blanco de reactivos en las mismas condiciones, tomando como muestra agua desionizada; usualmente éste gastará entre 0.2 y 0.4 mL.

4.5. Cálculos y presentación de resultados

Cálculos:

$$\text{mg Cl}^-/\text{L} = [(A - B) \times N \times 35.45 \times 1000] / \text{mL de muestra}$$

A = mL de nitrato de plata gastados en la muestra

B = mL de nitrato de plata gastados en el blanco

N = normalidad del nitrato de plata

El resultado se emitirá con una cifra decimal. Cuando en una muestra, el volumen de valorante gastado no duplique el del blanco, consulte el límite de detección vigente o calcúlelo mediante análisis por triplicado del blanco.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 4-70 y 4-71, método 4500-Cl- B.
- ASTM (1995) Standard Test Methods for Chloride Ion In Water D 512-89, Philadelphia, 7 páginas.

ANÁLISIS GRAVIMÉTRICOS

1. Sólidos totales

Determinar el contenido de sólidos totales en una muestra de agua.

1.1. Fundamento

La determinación de los sólidos totales permite estimar los contenidos de materias disueltas y suspendidas presentes en un agua, pero el resultado está condicionado por la temperatura y la duración de la desecación. Su determinación se basa en una medición cuantitativa del incremento de peso que experimenta una cápsula previamente tarada tras la evaporación de una muestra y secado a peso constante a 103-105°C.

1.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas.

1.3. 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.

1.4. Descripción de la metodología analítica

1.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras deben recolectarse en frascos plásticos o de vidrio y refrigerarse inmediatamente. Realizar el análisis lo antes posible, y en caso de requerirse almacenamiento, hacerlo a temperatura $\leq 6^\circ\text{C}$ por un tiempo máximo de 7 días.

1.4.2. Equipos y materiales:

- cápsulas de evaporación adecuadas al volumen de la muestra
- estufa
- desecador con sílica azul como indicador colorimétrico de humedad
- balanza analítica

- agitador magnético
- placa calefactora
- probetas de diferentes volúmenes

1.4.3. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Preparación de la cápsula de evaporación:

- Encender la estufa a 103-105°C.
- Introducir una cápsula limpia durante una hora.
- Llevar la cápsula al desecador hasta que se vaya a emplear.
- Pesarla inmediatamente antes de usar y registrar el dato (Peso A).

Determinación de sólidos totales:

- Esperar que la muestra se encuentre a temperatura ambiente.
- Seleccionar el volumen de muestra de acuerdo al aspecto de la misma; habitualmente éste estará entre 25 y 100 mL.
- Mezclar bien la muestra y depositar el volumen seleccionado en la cápsula de evaporación previamente tarada.
- Colocar la cápsula en una placa calefactora y evaporar la muestra hasta casi sequedad pero evitando ebullición y salpicaduras.
- Llevar la muestra evaporada a la estufa a 103-105°C por 1 hora. A criterio del analista, el secado puede extenderse hasta el día siguiente, cuando el tipo de muestra, haga suponer alto contenido de sales y se considere ausencia de compuestos orgánicos que puedan perderse con un calentamiento prolongado.
- Enfriar la cápsula en el desecador.
- Pesar rápidamente para evitar cambios en el peso por exposición al aire y/o degradación del residuo y registrar los datos.
- Repetir el calentamiento sólo por 1 hora, hasta que la diferencia con la pesada previa sea < 4% ó < 0.5 mg (seleccionar el valor que resulte menor), con lo cual se considera se obtuvo peso constante.
- El peso finalmente obtenido será Peso B.

1.5. Cálculos y presentación de resultados

$$\text{mg sólidos totales/L} = (B - A) \times 1000 / \text{volumen de muestra (en mL)}$$

Donde:

A: peso de la cápsula de evaporación vacía (en mg)

B: peso de la cápsula de evaporación + residuo seco (en mg)

Para el peso B, se empleará el promedio de los dos valores que cumplan el requisito de peso constante antes enunciado. Resultados inferiores a 10 mg/L se reportarán con una cifra decimal, los restantes se redondearán a la unidad. Para

aquellas muestras que excepcionalmente presenten resultados inferiores a 5 mg/L, informe “< 5 mg/L”.

1.6. Control de calidad del método

Se realizará con base a los criterios de precisión y exactitud.

Precisión: realizar una muestra por duplicado por cada lote de diez o menos muestras. Se considerará satisfactoria siempre que no exceda 10 % expresada como coeficiente de variación.

Exactitud: analizar una muestra de control sintética. Se considerará satisfactoria siempre que el error no exceda 10 %.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-55 y 2-56, método 2540 B.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.

2. Sólidos suspendidos totales

Determinar el contenido de sólidos suspendidos totales presentes en una muestra de agua.

2.1. Fundamento

La determinación de los sólidos suspendidos totales (SST) se basa en el incremento de peso que experimenta un filtro de fibra de vidrio (previamente tarado) tras la filtración al vacío, de una muestra que posteriormente es secada a peso constante a 103-105°C. El aumento de peso del filtro representa los sólidos totales en suspensión.

La diferencia entre los sólidos totales y los disueltos totales, puede emplearse como estimación de los sólidos suspendidos totales.

2.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas.

2.3. Interferencias

- La temperatura a la cual el residuo se seca, tiene un efecto importante sobre los resultados, ya que estos pueden resultar menores (por pérdidas en el peso de la materia orgánica, desprendimiento de gases por descomposición química o por la oxidación del residuo) o mayores por la oclusión del agua.
- Eliminar de las muestras las partículas gruesas flotantes o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos.
- Un residuo excesivo sobre el filtro puede formar una costra hidrófila, por lo que debe limitarse el tamaño de la muestra para tratar de obtener un residuo no mayor de 200 mg.
- 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.
- El tipo de soporte del filtro, el tamaño del poro, la porosidad, el área y el espesor del filtro, así como la naturaleza física y el tamaño de las partículas y la cantidad de material depositado en el filtro, son los factores principales que afectan a la separación de los sólidos suspendidos de los disueltos.
- Los tiempos de filtración prolongados, consecuencia de la obstrucción del filtro, pueden originar resultados altos debido a una cantidad excesiva de sólidos capturados en el filtro obturado.

2.4. Descripción de la metodología analítica

2.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras deben recolectarse en frascos plásticos o de vidrio y refrigerarse inmediatamente. Realizar el análisis lo antes posible, y en caso de requerirse almacenamiento, hacerlo a temperatura $\leq 6^{\circ}\text{C}$ por un tiempo máximo de 7 días.

2.4.2. Equipos y materiales:

- Equipo de filtración
- Filtros para análisis gravimétrico: AP40 Millipore o equivalente (como GF 1822047 ó 934AH Whatman)
- Estufa
- Desecador con sílica azul como indicador colorimétrico de humedad
- Balanza analítica
- Agitador magnético
- Probetas de diferentes volúmenes

2.4.3. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Preparación del filtro de fibra de vidrio:

- Alistar la estufa a una temperatura entre $103-105^{\circ}\text{C}$.
- Empleando grafito, marcar el filtro de forma inequívoca (ej.: mediante numeración consecutiva).
- Colocar el filtro (con la cara rugosa hacia arriba), en el equipo de filtración.
- Aplicar vacío y lavar el filtro con 3 porciones sucesivas de 20 mL de agua destilada.
- Mantener la filtración hasta la remoción total de las trazas de agua. Desechar el filtrado.
- Retirar el filtro, colocarlo en un papel de aluminio y secarlo en estufa a $103-105^{\circ}\text{C}$ durante una hora.
- Enfriar en el desecador hasta su empleo, pesar el filtro, y registrar los datos.
- Repetir hasta que la variación del peso sea $< 4\%$ ó de 0.5 mg (lo que resulte menor). Anotar el peso del filtro (peso A).

Análisis de la muestra:

- Esperar a que la muestra se encuentre a temperatura ambiente.
- En función del aspecto de la muestra, seleccionar el volumen a filtrar (ver nota).
- Coger el filtro previamente tarado del desecador, llevarlo al equipo de filtración e iniciar la succión.
- Agitar la muestra adecuadamente y depositar el volumen seleccionado sobre el filtro.
- Una vez que la muestra haya terminado de filtrar, lavar 3 veces sucesivas con volúmenes de 10 mL de agua destilada dejando secar entre lavados.
- Retirar el filtro y llevarlo al papel de aluminio (al mismo donde se guardó en el desecador) y secarlo en la estufa a $103-105^{\circ}\text{C}$ durante una hora. A criterio del analista, el secado puede extenderse (incluida toda la noche),

cuando la apariencia física de la muestra denote presencia de grasa o alto contenido de sales.

- Enfriar en desecador, pesar el filtro y registrar los datos.
- Repetir el ciclo de secado, enfriamiento, desecado y pesado, hasta que la variación del peso sea < 4% ó de 0.5 mg (lo que resulte menor). Anotar los pesos del filtro (peso B).

2.5. Cálculos y presentación de resultados

mg sólidos suspendidos totales/L = [(B- A) X 1000] / volumen muestra (mL)

Donde:

A: peso del filtro seco antes de la filtración (en mg)

B: peso del filtro + residuo seco (en mg)

En ambos casos, se empleará el promedio de los dos valores que cumplan el requisito de peso constante antes enunciado. Los resultados inferiores a 1 mg/L deben informarse como "< 1 mg/L". Resultados entre 1-10 mg/L, se informarán con una cifra decimal; superiores a 10 mg/L, se redondearán a la unidad.

2.6. Control de calidad del método

Se realizará con base a los criterios de precisión y exactitud.

Precisión: realizar una muestra por duplicado por cada lote de diez o menos muestras. Se considerará satisfactoria siempre que no exceda 10 % expresada como coeficiente de variación.

Exactitud: analizar una muestra de control sintética. Se considerará satisfactoria siempre que el error no exceda 10 %.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-55 a 2-59, método 2540 D.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.

3. Sólidos fijos y volátiles

Determinar el contenido de sólidos fijos y volátiles en una muestra de agua.

3.1. Fundamento

Los sólidos fijos son el residuo de los sólidos totales, disueltos o suspendidos, después de llevar una muestra a sequedad durante un tiempo determinado a 550°C. La pérdida de peso por ignición son los sólidos volátiles. No es posible distinguir totalmente entre la materia orgánica y la inorgánica debido a que algunas sales minerales se descomponen o volatilizan.

3.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a cualquier tipo de agua, aunque es realmente útil para los procesos de tratamiento de aguas residuales, ya que ofrece una estimación de la cantidad de materia orgánica presente en la fracción sólida del agua residual y los lodos activados.

3.3. Interferencias

Pueden producirse errores negativos en los sólidos volátiles por pérdida de materia volátil durante el proceso de secado. La determinación de bajas concentraciones de sólidos volátiles en presencia de altos niveles de sólidos fijos, puede estar sujeta a errores importantes. En estos casos se recomienda su cuantificación por otro método como el de carbono orgánico total.

3.4. Descripción de la metodología analítica

3.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras deben recolectarse en frascos plásticos o de vidrio y refrigerarse inmediatamente. Realizar el análisis lo antes posible, y en caso de requerirse almacenamiento, hacerlo a temperatura $\leq 6^{\circ}\text{C}$ por un tiempo máximo de 7 días.

3.4.2. Equipos y materiales:

- los utilizados en las determinaciones de sólidos totales, suspendidos y disueltos
- Mufla

3.4.3. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

- Selección de la metodología: definir la fracción (totales, disueltos o suspendidos) sobre la cual quieren determinarse los sólidos volátiles.
- Proceder según la IE correspondiente para la preparación del filtro o la cápsula de evaporación, pero cambiando el calentamiento a 103 ó 180°C, por incineración en mufla a 550°C durante una hora. Guardar la cápsula o el filtro en desecador y pesar inmediatamente antes de utilizarlo (peso A).

- Determinar la fracción deseada según la IE correspondiente. Registrar el peso de la cápsula o el filtro más el residuo, una vez secado a 103 ó 180°C (peso B).
- Incinerar el residuo obtenido a 550°C durante 15 minutos.
- Dejar la cápsula o el filtro, según sea el caso, al aire hasta que disminuya algo su temperatura y luego depositarlo dentro del desecador hasta que alcance la temperatura ambiente.
- Pesar el filtro o la cápsula y registrar los datos.
- Repetir las etapas hasta que la diferencia con la pesada previa sea < 4% ó < 0.5 mg (seleccionar el valor que resulte menor). Anotar el peso del filtro o la cápsula (peso C).

3.5. Cálculos y presentación de resultados

$$\text{mg sólidos volátiles/L} = [(B - C) \times 1000] / \text{volumen muestra (mL)}$$

$$\text{mg sólidos fijos/L} = [(C - A) \times 1000] / \text{volumen muestra (mL)}$$

Donde:

- A: Peso del filtro o la cápsula vacía (en mg)
- B: Peso del filtro o la cápsula + residuo seco, antes de ignición (en mg)
- C: Peso del filtro o la cápsula + residuo seco, después de ignición (en g)

Resultados inferiores a 10 mg/L se reportarán con una cifra decimal, los restantes se redondearán a la unidad. Los resultados inferiores a 1 mg/L deben informarse como “< 1 mg/L”.

3.6 Control de calidad del método

Realizar una muestra por duplicado por cada lote de diez o menos muestras. La precisión (expresada como coeficiente de variación), no debe exceder 5%.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-55 a 2-60, método 2540 E.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.

4. Sólidos sedimentables

Determinar el contenido de sólidos sedimentables en una muestra de agua.

4.1. Fundamento

Sólidos sedimentables es la cantidad de material que sedimenta de una muestra en un período de tiempo. Pueden ser determinados y expresados en función de un volumen (mL/L) o de una masa (mg/L), mediante volumetría y gravimetría respectivamente.

4.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas.

4.3. Interferencias

Las derivadas de la descomposición microbiológica de los sólidos por una incorrecta refrigeración de las muestras.

4.4. Descripción de la metodología analítica

4.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Debe recolectarse un volumen mínimo de un litro de forma separada, en frascos plásticos o de vidrio, evitando la adhesión de la materia en suspensión a las paredes del recipiente. Refrigerar inmediatamente. Realizar el análisis lo antes posible, preferiblemente al recibirse la muestra. En caso de requerirse almacenamiento, hacerlo a temperatura $\leq 6^{\circ}\text{C}$ por un tiempo máximo de 48 horas.

4.4.2. Equipos y materiales:

- cono Imhoff y base para colocarlo
- varilla agitadora

4.4.3. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

- En su propio frasco, dejar que la muestra alcance la temperatura ambiente del laboratorio.
- Mezclar bien la muestra por agitación.
- Llenar el cono Imhoff, evitando verter la muestra por las paredes del cono, hasta la marca de 1 L. En casos excepcionales donde el volumen de muestra disponible sea menor a 1 litro, se verterá toda la muestra y anotará el volumen (esto último para realizar los cálculos).
- Dejar sedimentar por 45 minutos.
- Remover suavemente las paredes del cono con una varilla agitadora.
- Dejar sedimentar 15 minutos más.
- Anotar el volumen de sólidos sedimentables como mL/L, acorde a:

Intervalo de volumen (mL)	División de la escala (mL)	Criterio para reportar resultados
0-2	0.1	0.1
2-6	0.5	0.3*
6-10	0.5	0.5
10-20	1	0.5*
20-40	1	1

* Siempre que el nivel de sólidos se encuentre más próximo a la distancia media entre dos divisiones de escala, este valor se sumará al correspondiente a la división menor. Si el nivel se halla más próximo a una de las divisiones de escala, se considerará el valor de ésta.

A partir de 40 mL se sigue el criterio previo en función de la división de escala del cono utilizado.

Notas:

- De existir materiales flotables, no deben considerarse como sedimentables.
- Usualmente no se requieren réplicas.

4.5. Cálculos y presentación de resultados

Reportar el volumen de sólidos sedimentables como mL/L.hora. Los resultados inferiores a 0.1 mL/L deben informarse como < 0.1 mL/L. Cuando se analicen volúmenes < 1 L, será necesario realizar la corrección de volumen, dividiendo el valor anotado entre el volumen en L. Resultados inferiores a 20 mL/L se expresarán con una cifra decimal. A partir de dicho valor, se expresarán redondeados a la unidad.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-59 y 2-60, método 2540 F.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.

5. Sólidos disueltos totales

Determinar el contenido de sólidos suspendidos totales presentes en una muestra de agua.

5.1. Fundamento

Los sólidos disueltos totales, son las sustancias que permanecen después de filtrar y evaporar a sequedad una muestra bajo condiciones específicas. En los sólidos disueltos totales (SDT), se determina el incremento de peso que experimenta una cápsula tarada, tras la evaporación en ella de una alícuota de la muestra previamente filtrada y que posteriormente es secada a peso constante a 180°C, temperatura a la cual el agua de cristalización está prácticamente ausente. El contenido de sólidos disueltos puede estimarse por diferencia entre los sólidos totales y los sólidos suspendidos totales.

5.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas.

5.3. Interferencias

- La temperatura a la cual el residuo se seca, tiene un efecto importante sobre los resultados, ya que pueden ocurrir pérdidas en el peso de la materia orgánica presente durante la etapa de secado y/o desprendimiento de gases por descomposición química y/o por la oxidación del residuo, así como por la oclusión del agua.
- El tipo de filtro, el tamaño del poro, el grosor del filtro, el tamaño de la partícula y la cantidad de material depositado en el filtro, son los principales factores que afectan la separación de los sólidos suspendidos y los disueltos.
- Las aguas excesivamente mineralizadas con un contenido considerable de calcio, magnesio, cloruros y/o sulfatos, pueden ser higroscópicas y exigir un secado prolongado, un grado de desecación adecuado y un pesado rápido. Puesto que un residuo excesivo en la cápsula puede formar una costra hidrófila, debe limitarse el tamaño de la muestra para tratar de obtener un residuo no mayor de 200 mg.

5.4. Descripción de la metodología analítica

5.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras deben recolectarse en frascos plásticos o de vidrio y refrigerarse inmediatamente. Realizar el análisis lo antes posible, y en caso de requerirse almacenamiento, hacerlo a temperatura $\leq 6^{\circ}\text{C}$ por un tiempo máximo de 7 días.

5.4.2. Equipos y materiales:

- Cápsulas de evaporación adecuadas al volumen de la muestra
- Mufla
- Equipo de filtración
- Filtros para análisis gravimétrico: ap40 millipore o equivalente (como gf 1822047 ó 934ah whatman)
- Desecador con sílica azul como indicador colorimétrico de humedad
- Balanza analítica
- Agitador magnético
- Placa calefactora
- Probetas de diferentes volúmenes

5.4.3. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Preparación del filtro y la cápsula de porcelana:

- Encender la mufla a $180 \pm 2^\circ\text{C}$.
- Colocar el filtro (con la cara rugosa hacia arriba), en el equipo de filtración.
- Aplicar vacío y lavar con 3 porciones sucesivas de 20 mL de agua destilada
- Continuar la succión hasta remoción total de las trazas de agua. Desechar el filtrado.
- Retirar el filtro, depositarlo en la cápsula de evaporación que se va a tarar y llevarlos a la mufla por 1 hora a $180 \pm 2^\circ\text{C}$.
- Después de la hora, sacar la cápsula con el filtro y colocarla en el desecador.
- Con las pinzas, retirar el filtro y colocarlo sobre papel aluminio en el mismo desecador donde se dejará en reposo junto con la cápsula hasta el momento de usarlos.
- Pesar la cápsula inmediatamente antes de usar y registrar el dato (Peso A).

Análisis de la muestra:

- Esperar a que la muestra se encuentre a temperatura ambiente.
- Ensamblar el equipo de filtración utilizando un filtro previamente acondicionado.
- En función del aspecto de la muestra, seleccionar el volumen a filtrar.
- Mezclar bien la muestra y filtrarla.
- Lavar con tres alícuotas de 10 mL de agua destilada.
- Continuar la succión durante 3 minutos adicionales.
- Transferir el filtrado, con los lavados incluidos, a la cápsula de evaporación previamente tarada.
- Llevar casi hasta sequedad en placa calefactora evitando la ebullición.
- Introducir la cápsula en la mufla previamente acondicionada a $180 \pm 2^\circ\text{C}$ y dejarla durante una hora.
- Enfriar en desecador; pesar sin dilación la cápsula y registrar el dato (Peso B).

- Repetir hasta que la variación del peso sea < 4% ó de 0.5 mg (lo que resulte menor).

5.5. Cálculos y presentación de resultados

$$\text{mg sólidos disueltos totales/L} = [(B - A) \times 1000] / \text{volumen muestra (mL)}$$

Donde:

A: peso de la cápsula de evaporación vacía (en mg)

B: peso de la cápsula de evaporación + residuo seco (en mg); se empleará el promedio de los dos valores que cumplan el requisito de peso constante antes enunciado. Resultados inferiores a 10 mg/L se reportarán con una cifra decimal, los restantes se redondearán a la unidad. Para aquellas muestras que excepcionalmente presenten resultados inferiores a 5 mg/L, informe "< 5 mg/L".

5.6. Control de calidad del método

Se realizará con base a los criterios de precisión y exactitud.

Precisión: realizar una muestra por duplicado por cada lote de diez o menos muestras. Se considerará satisfactoria siempre que no exceda 10 % expresada como coeficiente de variación.

Exactitud: analizar una muestra de control sintética. Se considerará satisfactoria siempre que el error no exceda 10 %.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 2-55 a 2-57, método 2540 C.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.

6. Sustancias flotantes

El objetivo es determinar cualitativamente la presencia de sustancias flotantes en una muestra de agua o en el sitio de recolección de ésta. Esto incluye verificar el cumplimiento de las normativas vigentes en el país para distintos usos del agua, donde se establece que las sustancias flotantes deben estar ausentes pero no se plantea su cuantificación.

6.1. Fundamento

La expresión sustancias flotantes se refiere a aquellos materiales que se sostienen en la superficie del agua y que influyen en su apariencia. Es un criterio de evaluación de las aguas en el posible efecto de disposición de sustancias o materiales flotantes en su superficie. Existen varios tipos de sustancias flotantes en las aguas como son los restos de materias vegetales sólidas; las grasas que forman grumos o bolas de grasas en forma emulsionada con el agua; las capas finísimas, pero apreciables a simple vista por el ojo humano, de líquidos o capas de aceites. Estos materiales flotantes pueden contener bacterias patógenas o virus asociados con partículas individuales y pueden concentrar sustancias tóxicas como metales e hidrocarburos clorados. En aguas tratadas es poco probable obtener este tipo de sustancias, no así en las aguas residuales tanto domésticas como industriales. El método aquí descrito, al ser cualitativo, se basa en la observación visual.

6.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a prácticamente todos los tipos de aguas: crudas, de proceso, tratadas, residuales y naturales, incluyendo la de mar.

6.3. Interferencias

Para la realización de este análisis no existen interferencias.

6.4. Descripción de la metodología analítica

6.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Este parámetro debe ser analizado visualmente en el sitio de muestreo. Si la muestra es recolectada para realizar otros análisis, se hará siguiendo las especificaciones para los mismos y una vez en el laboratorio, se examinará visualmente.

6.4.2. Procedimiento

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

- Analizar visualmente la muestra en el sitio de muestreo previo a su recolección y registrar los resultados. En caso de aguas con sustancias flotantes, cuya magnitud no permite que entren en la botella de recolección

de las muestras, se anotará la presencia de dichas sustancias en la hoja de campo o el cuaderno de trabajo.

- Aquellas muestras excepcionalmente no observadas en el sitio de muestreo, una vez en el laboratorio, se observarán directamente en el frasco y se anotará el resultado correspondiente.

6.5. Presentación de resultados

Los resultados, netamente cualitativos, se expresan como presencia o ausencia de sustancias flotantes. Puede, e incluso resulta conveniente en determinados casos con el fin de lograr una mejor caracterización de la muestra, añadirse una breve descripción del tipo de sustancias flotantes. Por ejemplo: película fina de aceite, restos de plantas, material plástico.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th Edition. New York, 2-51, método 2530 A.

ANÁLISIS COLORIMÉTRICOS

1. Aluminio

Se busca determinar la concentración de aluminio disuelto en una muestra de agua.

1.1. Fundamento

El aluminio es un elemento muy abundante en la corteza terrestre y se encuentra en minerales, rocas y arcillas. Esta amplia distribución explica su presencia en prácticamente todas las aguas naturales, bajo la forma de sales solubles, coloidales o insolubles. El sulfato de aluminio y potasio (alumbre) se usa en los procesos de floculación en los sistemas de tratamiento de aguas por lo que el aluminio se puede encontrar en las aguas tratadas como un residuo. Su ocurrencia en aguas es controlada por el pH: Al^{3+} predomina a $\text{pH} < 4$ mientras que en medio básico, la forma disuelta predominante es $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Para su cuantificación, los métodos de espectroscopia atómica, son preferidos por presentar menos interferencias aunque el método colorimétrico con Eriocromocianina R es muy utilizado por su simplicidad, en especial, la instrumentación. Las soluciones diluidas de aluminio tamponadas a pH 6 producen con eriocromocianina R, un complejo de color rojo a rosado que presenta un máximo de absorción a 535 nm. La intensidad del color depende de la concentración de aluminio, el pH, el tiempo de reacción, la temperatura y la concentración de otros iones en la muestra.

1.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a aguas crudas naturales con bajo color y turbiedad, aguas de proceso, aguas residuales incoloras y aguas tratadas. No obstante, está dirigido fundamentalmente a verificar el cumplimiento de la legislación vigente para aguas potables.

1.3. Interferencias

En la medición de la absorción del complejo formado, pueden interferir color y turbiedad. Esta última puede disminuirse con filtración. Para muestras con color, es necesario analizar un blanco de muestra leyendo la absorción de ésta a 535 nm sin adicionar los reactivos para el desarrollo del color. Posteriormente habría que realizar la corrección y el cálculo de la concentración a partir de la curva de calibración. Las interferencias de Fe y Mn son evitadas con la adición de ácido ascórbico. Fluoruros, polifosfatos y sulfatos pueden interferir negativamente cuando se hallan a niveles no habituales en nuestras aguas.

1.4. Descripción de la metodología analítica

1.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden colectarse en frascos de plástico o vidrio, limpios con ácido nítrico. Se recomienda analizar sin dilución y evitando alterar condiciones originales que como el pH, pudieran cambiar la proporción de aluminio disuelto. Las muestras con turbiedad alta deben ser filtradas por membrana de 0.45 µm antes de analizarse, con el fin de eliminar la materia suspendida y, por tanto, el aluminio asociado a ella y que pudiera disolverse al acidificar la muestra. En las aguas potables, este paso no es necesario. Pueden almacenarse a temperatura ambiente hasta seis meses, previa filtración y acidificación con HNO₃ a pH < 2.

1.4.2. Equipos y materiales:

- Espectrofotómetro para trabajar a 535 nm con cubetas de vidrio de 5 cm de paso óptico.
- Vidriería (vasos de precipitado y matraces aforados).

1.4.3. Reactivos:

Para la preparación de reactivos, patrones y muestras, se empleará agua desionizada. Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Solución Madre de Aluminio: utilizar solución estándar comercial de aluminio de 1 mg/mL mientras esté vigente. Como alternativa puede prepararse a partir de sulfato de aluminio y potasio (alumbre de potasio), AlK(SO₄)₂·12H₂O.
- Solución Patrón de Aluminio: diluir 1.0 mL de la Solución madre de Aluminio a 200 mL con agua en balón volumétrico. Añadir 3-5 mL de HNO₃ para garantizar pH < 2 y enrasar. Un mL de esta solución equivale a 0.005 mg de Al. Es estable hasta por seis meses.
- Ácido Sulfúrico 0.02 N: emplear solución comercial o diluir 20 mL de H₂SO₄ 1 N a 1000 mL con agua.
- Ácido Ascórbico 0.1%: disolver 0.1 g de ácido ascórbico con agua a 100 mL en balón volumétrico. Este reactivo se debe preparar en el momento de su uso.
- Reactivo tampón de Acetato de Sodio: disolver 136 g de acetato de sodio (NaC₂H₃O₂·3H₂O) en aproximadamente 950 mL de agua. Agregar ácido acético glacial gota a gota con agitación y verificando el pH con pHmetro. Cuando éste sea aproximadamente 6, enrasar con agua a 1000 mL.
- Solución de Tinción de Reserva: disolver 300 mg de eriocromocianina R en 50 mL de agua. De ser necesario, ajustar el pH a 2.9 con ácido acético 1:1. Llevar a 100 mL con agua. Puede almacenarse por un año.
- Solución de Tinción de Trabajo: diluir 10 mL de la solución de tinción de reserva a 100 mL con agua. Es estable durante 6 meses.

1.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

A. Preparación de la curva de calibración:

- Pipetear volúmenes crecientes de la Solución Patrón de Aluminio y completar a volumen con agua en matraces aforados de 50 mL para obtener al menos cinco concentraciones comprendidas en el rango 0.00- 0.12 mg/L.
- Transferir los estándares anteriores a vasos de precipitado de 100-200 mL. Añadir los siguientes reactivos mezclando bien después de cada adición: 1 mL de ácido sulfúrico 0.02 N; 1 mL de ácido ascórbico 0.1%; 10 mL de reactivo tampón y 5 mL de solución tinción de trabajo. Dejar reposar 5 a 10 minutos para desarrollar color. Deben tener un pH próximo a 6.
- Leer en espectrofotómetro a 535 nm en celdas de 5 cm. El color se empieza a desvanecer después de 15 minutos.
- En función del espectrofotómetro utilizado, crear la curva de calibración.

B. Verificación de la curva de calibración:

Cada vez que se analicen muestras, no es necesario construir una nueva curva de calibración, sino verificar la validez de la existente para lo cual debe prepararse al menos un estándar y leerlo como si fuera muestra. Si el resultado es coincidente $\pm 10 \%$, se considera que la curva es válida y se procede a preparar y leer las muestras. En caso negativo, repetir el/los estándar(es). Si el problema persiste, verificar los reactivos, en particular, la solución madre de Al y si es necesario, prepararlos y construir una nueva curva de calibración.

C. Determinación de aluminio en muestras:

- Transferir 50 mL de muestra (previamente filtrada si la muestra lo amerita), a un vaso de precipitados de 100-200 mL. Adicionar, mezclando después de cada adición, los mismos reactivos que a los patrones: 1 mL de ácido sulfúrico 0.02 N, 1 mL de ácido ascórbico, 10 mL de reactivo tampón y 5 mL de solución tinción de trabajo; el pH debe ser aproximadamente 6. Dejar reposar 5 a 10 minutos para desarrollar color y no leer pasados 15 minutos.
- Preparar y analizar un blanco de reactivos con agua desionizada.
- Leer en espectrofotómetro a 535 nm con celdas de 5 cm de paso óptico. Si la absorbancia de la muestra resultase mayor que la del mayor patrón, es necesario repetir el proceso mediante la lectura de diluciones de la muestra. Para esto, debe realizarse como mínimo dos diluciones, se calculará el coeficiente de variación y si éste no supera 10 %, se informará el valor promedio; en estos casos, es necesario multiplicar previamente por el factor de dilución.

1.5. Presentación de resultados

En función del espectrofotómetro utilizado, el resultado se obtendrá directamente en la curva de calibración del equipo. Se expresará con tres cifras decimales. Se debe consultar los datos de la curva vigente para informar aquellos resultados que resulten menores al límite de detección.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 3-57 a 3-60, método 3500-Al.

2. Nitrate

Determinar el contenido de nitrato en muestras de agua.

2.1. Fundamento

Los nitratos son medidos por ultravioleta a una longitud de onda de 220 nm, pero a esta misma longitud de onda, la materia orgánica presente en las muestras, también puede absorber, por lo que se mide a una longitud de onda de 275 nm para corregir el valor de nitrato. Sin embargo, esta corrección es empírica, dado que las concentraciones de materia orgánica pueden variar de un agua a otra.

2.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a aguas de bajo contenido de materia orgánica, especialmente agua potable y naturales no contaminadas. Está dirigido fundamentalmente a verificar el cumplimiento de la legislación vigente para agua para consumo humano (Decreto 1575 y Resolución 2115) o para las aguas destinadas a consumo humano y doméstico previo tratamiento (artículos 38 y 39, Decreto 1594).

2.3. Interferencias

Materia orgánica disuelta, surfactantes, nitrito y cromo hexavalente, pueden interferir al igual que hidróxidos y carbonatos en contenidos superiores a 1000 mg CaCO₃/L. No obstante, las interferencias más comunes se deben a la turbiedad y a la materia orgánica y pueden atenuarse mediante filtración o adición de HCl 1N, respectivamente. Este último, también previene las interferencias de hidróxidos y carbonatos.

2.4. Descripción de la metodología analítica

2.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden colectarse en frascos plásticos o de vidrio. No existe método de preservación por lo que deben analizarse sin dilución. En caso de requerirse almacenamiento, éste debe realizarse por refrigeración a aproximadamente 4°C por no más de 48 horas, excepto las muestras cloradas que pueden conservarse por 14 días.

2.4.2. Equipos y materiales:

- Espectrofotómetro para trabajar en intervalo ultravioleta (220 y 275 nm), con cubetas de cuarzo de 1 cm de paso óptico para trabajar en intervalo ultravioleta.
- Vidriería: frascos volumétricos, vasos de precipitado y pipetas.
- Membrana de filtro de 0.45 µm.

2.4.3. Reactivos:

Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Ácido clorhídrico 1 N.
- Solución Madre de Nitrato: pesar 0,7218 g de KNO₃ previamente secado en estufa a 105°C durante 24 h, disolverlos y enrasar con agua en un matraz aforado de 1000 mL, preservar con adición de 2 mL de cloroformo. 1.00 mL = 100 µg N-NO₃ ó 443 µg NO₃. Almacenar en refrigeración hasta seis meses en frasco ámbar.
- Solución Intermedia de Nitrato: diluir 100 mL de la Solución Madre de Nitrato y llevarla a 1000 mL con agua, preservar con adición de 2 mL de cloroformo. 1.00 mL = 10.0 µg N-NO₃ ó 44.3 µg NO₃. Almacenar en refrigeración hasta seis meses en frasco ámbar.
- Agua desionizada o bidestilada

2.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Preparación de la curva de calibración:

- En frascos volumétricos de 50 mL, pipetear volúmenes crecientes de la solución intermedia de nitrato y enrasar con agua para obtener al menos seis concentraciones comprendidas en el intervalo 0- 7 mg/L N-NO₃, el cual equivale a 0 a 31 mg NO₃/L.
- Trasvasar a vasos de precipitados de 100 mL, añadir 1 mL de HCl 1 N y agitar.
- Transferir a cubetas de paso óptico de 1 cm y leer en el espectrofotómetro las absorbancias a 220 y 275 nm.

Verificación de la curva de calibración:

Cada vez que se analicen muestras no es necesario construir una nueva curva de calibración, sino verificar la validez de la existente.

- Preparar y analizar un blanco de reactivos con agua para ajustar el cero del equipo.
- Analizar como si fuera muestra, un patrón de 1 mg/L N-NO₃ equivalente a 4.43 mg/L NO₃. Si el resultado es coincidente $\pm 10 \%$, se considera que la curva es válida y se procede a preparar y leer las muestras. En caso negativo, verificar los reactivos, y si es necesario, prepararlos nuevamente y construir una nueva curva de calibración.

Determinación de nitratos en muestras:

Si las muestras han sido refrigeradas, dejarlas estabilizar a temperatura ambiente.

- Transferir 50 mL de muestra (previamente filtrada por membrana de 0.45 µm o sometida a centrifugación, en caso de ser necesario por presentar alta turbiedad), a un vaso de precipitados de 100 mL, adicionarle 1 mL de HCl 1N y agitar para mezclar bien.
- Transferir a cubetas de paso óptico de 1 cm y leer en el espectrofotómetro las absorbancias a 220 y 275 nm.

2.5. Cálculos y presentación de resultados

Para las muestras reste dos veces la absorbancia leída a 275 nm de la leída a 220 nm, la absorbancia obtenida corresponde a la del nitrato en la muestra. Así:

Absorbancia Corregida (A_c)= Absorbancia a 220 nm – 2 Absorbancia a 275 nm

$$C(\text{mg/L N-NO}_3) = C_p (\text{mg/L N-NO}_3) * A_c / A_p$$

Donde:

C = concentración de la muestra, mg/L N-NO₃

C_p= concentración del patrón, mg/L N-NO₃

A_c= Absorbancia corregida de la muestra

A_p= Absorbancia del patrón

Para reportar la concentración en mg/L NO₃, multiplicar el resultado por 4.43. Los resultados se expresarán con dos cifras significativas. Se debe consultar los datos de la curva vigente para informar aquellos que resulten menores al límite de cuantificación.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. Washington DC, 4-120 y 4-121, método 4500-NO₃⁻ B.
- Ministerio de la Protección Social - Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial, Colombia (2007) Decreto 1575.
- Ministerio de la Protección Social, Colombia (2007) Resolución 2115.
- Ministerio de Salud de Colombia (1984) Decreto 1594.

3. Sulfato

El objetivo es determinar la concentración de sulfatos de una muestra de agua.

3.1. Fundamento

Los sulfatos se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza y son relativamente abundantes en las aguas duras. El ion sulfato precipita en medio ácido con cloruro de bario formando cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme. La cantidad de cristales es proporcional a la concentración de sulfatos en la muestra y la absorbancia luminosa de la suspensión, se puede medir espectrofotométricamente a 420 nm, siendo la concentración de SO_4^{2-} determinada respecto a una curva de calibración. Este método permite determinar hasta 40 mg/L de sulfatos. Si la muestra presenta una concentración mayor se debe realizar una dilución.

3.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a aguas naturales, tratadas y aguas de proceso.

3.3. Interferencias

Las aguas con alta turbiedad han de ser tratadas previamente por centrifugación o filtración para su clarificación y posterior análisis. Interfiere también un exceso de sílice superior a 500 mg/L, y en las muestras con alto contenido de materia orgánica puede dificultarse la precipitación de sulfato de bario.

3.4. Descripción de la metodología analítica

3.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden colectarse en frascos de plástico o vidrio. Dado que ciertas bacterias pueden reducir el sulfato a sulfuro, especialmente en muestras contaminadas, almacenar a temperatura $\leq 6^\circ\text{C}$ por un período máximo de 28 días.

3.4.2. Equipos y materiales:

- Espectrofotómetro para trabajar a 420 nm con celdas de 1 cm de paso óptico.
- Vidriería: vasos de precipitados, agitadores de vidrio, volumétricos

3.4.3. Reactivos:

Para la preparación de reactivos, patrones y muestras, se empleará agua desionizada. Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Solución patrón de sulfato: utilizar solución trazable de 100-1000 mg/L. De forma alternativa, pesar 0.1479 g de sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4), disolverlo y enrasar con agua en un matraz aforado de 1000 mL. Esta solución contiene 0.1 mg SO_4^{2-} /mL y tiene una duración de seis meses en refrigeración en frasco ámbar.

- Solución acondicionadora para sulfato: colocar en un vaso de precipitados de un litro en el siguiente orden y mezclando después de cada adición: 30 mL de ácido clorhídrico concentrado (HCl), 300 mL de agua, 100 mL de alcohol isopropílico (CH₃-CH₂OH-CH₃) y 75 g de cloruro de sodio (NaCl). Finalmente añadir 50 mL de glicerol previamente medidos en una probeta. Mezclar todo y llevar a volumen final de 500 mL con agua. Esta solución es estable seis meses almacenada en frasco de vidrio ámbar a temperatura ambiente.
- Cloruro de bario dihidratado (BaCl₂·2H₂O): homogeneizar antes de usar.

3.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Preparación de la curva de calibración:

- Pipetear volúmenes crecientes de la solución patrón de sulfato y completar a volumen con agua desionizada para obtener al menos seis concentraciones comprendidas en el intervalo de 0 a 40 mg/L.
- Transferir los patrones a vasos de precipitado de 100 mL. Adicionar a cada patrón 2.5 mL de solución acondicionadora y agitar con varilla de vidrio; adicionar una cucharilla de cristales de cloruro de bario y agitar nuevamente en forma vigorosa.
- Leer antes de 5 minutos en espectrofotómetro a 420 nm con celdas de 1 cm de paso óptico.
- En función del espectrofotómetro utilizado, crear la curva de calibración.

Verificación de la curva de calibración:

Cada vez que se analicen muestras, no es necesario construir una nueva curva de calibración, sino verificar la validez de la existente. En este caso, se prepara un patrón de concentración 20.0 mg/L y se lee como si fuera muestra. Si el resultado es coincidente $\pm 10\%$, se considera que la curva es válida y se procede a preparar y leer las muestras. En caso negativo, repetir el patrón. Si el problema persiste, verificar los reactivos, en particular, la solución madre de sulfato y si es necesario, prepararlos y construir una nueva curva de calibración.

Determinación de sulfatos en muestras:

- Transferir 50 mL de muestra (en caso de turbiedad evidente, centrifugarla o filtrarla) a un vaso de precipitados de 100 mL, adicionar 2.5 mL de solución acondicionadora y agitar; adicionar una cucharilla de cristales de cloruro de bario y agitar nuevamente en forma vigorosa.
- Leer antes de 5 minutos en espectrofotómetro a 420 nm con celdas de 1 cm de paso óptico respecto a la curva de calibración de sulfato. Si la absorbancia de la muestra resultase mayor que la del mayor patrón, es necesario repetir el proceso mediante la lectura de diluciones de la muestra. Para esto, debe realizarse como mínimo dos diluciones, se calculará el coeficiente de variación y si éste no supera 10 %, se informará el valor promedio; en estos casos, es necesario multiplicar previamente por el factor de dilución.

3.5. Presentación de resultados

En función del espectrofotómetro utilizado, el resultado se obtendrá directamente en la curva de calibración del equipo. Se expresará con una cifra decimal.

Se debe consultar los datos de la curva vigente para informar aquellos resultados que resulten menores al límite de detección.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 4-186, 4-188 y 4-189, método 4500-SO₄²⁻ E.
- ASTM (1995) Standard Test Methods for Sulfate Ion in Water D 516-90, Philadelphia, 4 páginas.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.

4. Cromo hexavalente

Se busca determinar la concentración de cromo hexavalente de una muestra de agua.

4.1. Fundamento

El cromo se puede presentar en las aguas, tanto en forma hexavalente como trivalente, aunque esta última forma rara vez existe en aguas potables.

El método colorimétrico se basa en la reacción del cromo hexavalente con 1,5-difenilcarbazida en medio ácido, lo que produce la formación de un compuesto desconocido de color rojo violeta. Éste puede ser medido espectrofotométricamente a una longitud de onda de 540 nm y la absorbancia es proporcional a la concentración de cromo en la muestra.

Para determinar cromo total, la muestra debe ser sometida a digestión ácida y oxidación con permanganato de potasio, previo a la reacción con la difenilcarbazida

4.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a aguas naturales, residuales y tratadas.

4.3. Interferencias

En la medición de la absorción del complejo formado, pueden interferir color y turbiedad. Esta última puede disminuirse con filtración y/o centrifugación previa. Para muestras con color, es necesario analizar un blanco de muestra leyendo la absorción de ésta a 540 nm sin adicionar los reactivos para el desarrollo del color. Entonces habría que realizar la corrección y posteriormente el cálculo de la concentración (ver "6. Cálculo y presentación de resultados"). Para aguas residuales debe aplicarse filtración y corrección del color.

La reacción con difenilcarbazida es casi específica para cromo. Las sales de molibdeno hexavalente y de mercurio reaccionan dando color con el reactivo, pero con intensidades mucho más bajas que para el cromo y son tolerables concentraciones hasta 200 mg/L. El vanadio sólo causa problemas a concentraciones 10 veces superiores a las del cromo. El hierro en concentraciones mayores de 1 mg/L puede producir coloración amarilla pero no causa problemas si se lee a la longitud de onda adecuada.

No obstante, ninguna de las sustancias antes mencionadas se halla habitualmente en nuestras aguas a niveles tales que pueda interferir en la determinación del cromo. Dado el caso que puedan interferir las sustancias mencionadas.

4.4. Descripción de la metodología analítica

4.4.1. Recolección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden colectarse en frascos plásticos o de vidrio. En función de lo que se desee determinar, así será la metodología a emplear:

- Cromo VI: no pueden colectarse muestras compuestas. Si se desea la fracción disuelta, filtrar inmediatamente por membrana de 0.45 μm . Debe analizarse sin dilación pero en caso de requerirse almacenamiento, éste debe realizarse a temperatura aproximadamente 4°C por no más de 24 horas.
- Cromo total: pueden recolectarse muestras compuestas. Si se desea la fracción disuelta, filtrar inmediatamente por membrana de 0.45 μm . Para ésta o la total, ajustar a $\text{pH} < 2$ con HNO_3 concentrado. Puede conservarse hasta 6 meses sin necesidad de refrigeración.

Para el control de las aguas crudas y/o tratadas de la ETAP, la muestra debe recolectarse inmediatamente antes de analizar, por lo que no es necesario su preservación.

4.4.2. Equipos y materiales:

- Espectrofotómetro para trabajar a 540 nm con celdas de vidrio de 5 cm de paso óptico.
- Vidriería (vasos de precipitado y matraces aforados) la cual no debe lavarse con mezcla crómica.

4.4.3. Reactivos:

Para la preparación de reactivos, patrones y muestras, se empleará agua desionizada. Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Solución de Difenilcarbazida al 0.5% (m/v): esta solución debe prepararse al momento de su uso, por lo cual se tendrá en cuenta el volumen necesario. Habitualmente 10 mL son suficientes, lo que implica pesar 50 mg de 1,5-difenilcarbazida (difenilcarbohidrazida) y disolverlos en 10 mL de acetona.
- Solución de Acido Sulfúrico 1:1 ó de 50%: tomar 100 mL de ácido sulfúrico concentrado y llevarlo hasta 200 mL en balón aforado con agua.
- Solución Madre de Cromo: utilizar solución trazable. De forma alternativa pesar 141.45 mg de dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), disolverlos y enrasar con agua en un matraz aforado de 100 mL, previa adición de HNO_3 concentrado para ajustar el $\text{pH} < 2$ (2-5 mL). Un mL de esta solución contiene 0.5 mg de Cr. Almacenar hasta seis meses en frasco ámbar.
- Solución intermedia de Cromo: en caso que la solución madre sea de una concentración superior a 10 mg/L, prepararla al momento de usar para que su concentración resulte entre 5 y 10 mg Cr/L.

4.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Preparación de la curva de calibración:

- Pipetear volúmenes crecientes de la solución patrón de cromo y completar a volumen con agua en matraces aforados de 50 mL para obtener al menos cinco concentraciones comprendidas en el rango 0.000- 0.200 mg/L:
- Transferir los estándares anteriores a vasos de precipitado de 100 mL. Añadir 0.5 mL de ácido sulfúrico 1:1. Agitar para mezclar bien. El pH debe ser alrededor de 2.
- Añadir 1.0 mL de solución de difenilcarbazida, agitar y dejar reposar 5 a 10 minutos para desarrollar color.
- Leer en espectrofotómetro a 540 nm en celdas de paso óptico de 5 cm. En función del espectrofotómetro utilizado, crear la curva de calibración.

Verificación de la curva de calibración:

Cada vez que se analicen muestras, no es necesario construir una nueva curva de calibración, sino verificar la validez de la existente mediante la preparación de un estándar y su lectura como si fuera una muestra. Si el resultado es coincidente \pm 10 %, se considera que la curva es válida y se procede a preparar y leer las muestras. En caso negativo, repetir el estándar. Si el problema persiste, verificar los reactivos, y si es necesario, prepararlos y construir una nueva curva de calibración.

Determinación de cromo hexavalente en muestras:

1. Transferir 50 mL de muestra (previamente filtrada si la muestra lo amerita), a un vaso de precipitados de 100 mL, adicionarle 0.5 mL de ácido sulfúrico 1:1. Agitar para mezclar bien.
2. Añadir 1 mL de solución de difenilcarbazida, agitar y dejar reposar 5 a 10 minutos para desarrollar color.
3. Preparar y analizar un blanco de reactivos con agua.
4. Leer en espectrofotómetro a 540 nm con cubetas de 5 cm de paso óptico.

4.5. Cálculo y presentación de resultados

En función del espectrofotómetro utilizado, el resultado se obtendrá directamente en la curva de calibración del equipo. Se expresará con tres cifras decimales. Se debe consultar los datos de la curva vigente para informar aquellos resultados que resulten menores al límite de detección. Cuando las características de la muestra respecto al color, hagan necesario analizar un blanco para corregirlo, se procederá con base a la siguiente fórmula:

$$Ac = Ar - Ab$$

Donde:

- Ab = Absorbancia de la muestra sin los reactivos
- Ar = Absorbancia de la muestra con los reactivos
- Ac = Absorbancia de la muestra (corregida)

Ac se introduce en la fórmula de la curva vigente para calcular la concentración real de la muestra.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 3-67 y 3-68, método 3500-Cr B.
- Rodier, J (1990) Análisis de las aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Ediciones Omega, S. A., Barcelona, 269-272.

5. Fosfato

Determinar la concentración de fosfatos de una muestra de agua.

5.1. Fundamento

En las aguas naturales y residuales, el fósforo se presenta mayoritariamente en forma de fosfatos. Estos son clasificados en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro, meta y otros polifosfatos) y fosfatos enlazados orgánicamente. Se encuentran en solución, en partículas o detritus o en cuerpos de organismos acuáticos y pueden provenir de diversas fuentes.

El análisis de fósforo implica dos etapas básicas:

- La conversión de la forma de fósforo que interesa determinar, a ortofosfato disuelto. Esto se logra mediante una hidrólisis o digestión oxidante (IE 24). Cuando se quiere distinguir entre la forma disuelta y la suspendida, se realiza una filtración por membrana.
- La determinación colorimétrica de ortofosfatos. De los tres métodos existentes: ácido vanadomolibdofosfórico, cloruro de estaño II y ácido ascórbico, se ha seleccionado este último por su sensibilidad y simplicidad.

En este método, en medio ácido el molibdato de amonio y el tartrato doble de antimonio y potasio reaccionan con ortofosfato con formación de un heteropoliácido fosfomolibdico, el cual es reducido por el ácido ascórbico a azul de molibdeno, complejo azul intensamente coloreado. La absorbancia del complejo medida a una longitud de onda de 880 nm, resulta proporcional a la concentración de ortofosfatos en la muestra.

Los fosfatos que responden a la determinación colorimétrica sin recurrir a la etapa 1, se consideran "fósforo reactivo", el cual da una medida fundamentalmente del ortofosfato, sin excluir una pequeña fracción de fosfato condensado que puede hidrolizarse durante el análisis.

5.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a todo tipo de aguas, incluyendo las marinas, ya que la influencia de la salinidad es despreciable en la intensidad del color. Está dirigido fundamentalmente a verificar el cumplimiento de la legislación para aguas potables (≤ 0.5 mg/L). Ver el que esté vigente

5.3. Interferencias

El color natural del agua no suele interferir a la elevada longitud de onda empleada. Con aguas turbias o muy coloreadas, preparar un blanco sin adición de reactivo combinado y restar su absorbancia a la de la muestra. Diversas sustancias como arsenatos, cromo VI y nitritos, pueden causar interferencias, aunque las concentraciones necesarias para que esto ocurra, habitualmente no son encontradas.

5.4. Descripción de la metodología analítica

5.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

Colectar sólo muestras puntuales y en frascos de vidrio previamente lavados según 5.2. Deben analizarse sin dilación y en caso de requerirse almacenamiento por corto plazo, realizarlo por refrigeración a 4 o congelación a - 20°C por un tiempo no mayor de 24-48 horas.

- Si la solución no se va a analizar dentro de los dos días siguientes a la preparación, se puede preservar una alícuota con 0,2 mL de ácido sulfúrico concentrado por cada 100 mL de muestra para llevar a pH<2 y se debe almacenar a 4°C. La muestra preservada se puede analizar tan pronto como sea posible pero dentro de un periodo máximo de 28 días.

Para determinar fosfato disuelto (fósforo reactivo disuelto), filtrar inmediatamente a través de membrana de 0.45 µm.

5.4.2. Equipos y materiales:

Espectrofotómetro para trabajar a 880 nm con celdas de 1 y 5 cm de paso óptico.

- Vidriería de borosilicato lavada con HCl diluido caliente (40-50°C) y enjuagada con abundante agua destilada. De emplear detergentes, estos no pueden contener fosfatos. Esta cristalería debe destinarse solamente para la determinación de fosfatos y guardarse tapada hasta su posterior uso. La cristalería donde se desarrolla el color debe lavarse periódicamente con NaOH 2M para eliminar la película del complejo coloreado que se adhiere a las paredes del vidrio.

5.4.3. Reactivos:

Para la preparación de reactivos, patrones y muestras, se empleará agua desionizada. Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación. En función del consumo previsto y la caducidad de los reactivos, pueden prepararse volúmenes menores reduciendo proporcionalmente las cantidades empleadas.

- Solución Madre de Fosfatos (100 mg PO_4^{3-} /L): utilizar solución trazable. De forma alternativa, pesar (después de secado a 105°C por 24 horas), 143.2910 mg de KH_2PO_4 , disolverlos y enrasar con agua en un matraz aforado de 1000 mL. Almacenar a $\leq 6^\circ\text{C}$ en frasco de vidrio ámbar hasta por tres meses.
- Solución Patrón de Fosfatos (1 mg PO_4^{3-} /L): pipetear 1 mL de la Solución Madre de Fosfatos a un matraz aforado de 100 mL y enrasar con agua. Un mL de esta solución contiene 1 µg de PO_4^{3-} . Se debe preparar al momento de usar.
- Solución de ácido sulfúrico 5N: verter 70 mL de H_2SO_4 concentrado en un matraz aforado de 500 mL que contenga aproximadamente 400 mL de agua, agitar, enfriar y enrasar. Almacenar en frasco de vidrio ámbar hasta por 6 meses.
- Solución de ácido ascórbico 0.1M: pesar 1.76 g de ácido ascórbico, disolverlo y enrasar con agua en un matraz aforado de 100 mL. Es recomendable prepararla al momento de su uso aunque puede conservarse una semana en refrigeración, sacando de la nevera sólo la porción a utilizar.

- Solución de molibdato de amonio al 4%: pesar 20 g de $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, disolverlo y enrasar con agua en un matraz aforado de 500 mL. Almacenar en frasco ámbar durante 6 meses pero desechar antes si ocurre precipitación.
- Solución de tartrato doble de antimonio y potasio: pesar 1.3715 g de $(\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O})$, disolverlo con 400 mL de agua en balón volumétrico de 500 mL y finalmente enrasar. Almacenar en frasco ámbar durante 6 meses pero desechar antes si ocurre precipitación.
 - Reactivo Combinado para Fosfato: se debe preparar al momento de su uso y usarse en las 4 horas subsiguientes. Por cada 100 mL, mezclar en el siguiente orden y agitando después de cada adición:
 - 1- 50 mL de ácido sulfúrico 5 N
 - 2- 5 mL de solución de tartrato de antimonio y potasio
 - 3- 15 mL de solución de molibdato de amonio
 - 4- 30 mL de solución de ácido ascórbico

Si aparece turbiedad, agitar y dejar reposar unos minutos hasta que ésta desaparezca.

5.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Preparación de las curvas de calibración:

Se emplean 2 curvas, una en intervalo bajo (0-0.40 mg/L) y otra en intervalo alto (0.1-3.0 mg/L).

- Pipetear volúmenes crecientes de la solución patrón de fosfatos y completar a volumen con agua para obtener al menos seis concentraciones comprendidas en el intervalo deseado.
- Transferir los estándares a vasos de precipitado de 100 mL.
- Añadir 1 gota de indicador de fenolftaleína; si desarrolla color rosado-rojo, añadir gotas de H_2SO_4 5N hasta desaparición del color.
- Adicionar 8.0 mL de reactivo combinado y agitar.
- Dejar en reposo por al menos 10 minutos para completar el desarrollo de color.
- Antes de 30 minutos, leer en espectrofotómetro a 880 nm con cubetas de paso óptico de 5 cm ó 1 cm.
- En función del espectrofotómetro utilizado, crear la curva de calibración
- Verificación de las curvas de calibración:
 - Cada vez que se analicen muestras, no es necesario construir una nueva curva de calibración, sino verificar la validez de la existente. En este caso, se prepara un estándar de 0.20 ó 1.0 mg/L para el intervalo bajo o alto, respectivamente, y se lee como si fuera una muestra. Si el resultado es coincidente $\pm 10 \%$, se considera que la curva es válida y se procede a preparar y leer las muestras. En caso negativo, repetir el estándar. Si el problema persiste, verificar los reactivos, en particular, la solución madre de fosfatos y si es necesario, prepararlos y construir una nueva curva de calibración.

Determinación de fosfatos en muestras:

- Transferir 50 mL de muestra (previamente filtrada por membrana de 0.45 μm , en caso de ser necesario por presentar alta turbiedad), a un vaso de precipitados de 100 mL. Adicionar 8.0 mL del reactivo combinado. Agitar para mezclar bien.
- Esperar 10 minutos para el desarrollo del color. Preparar y analizar un blanco de reactivos con agua desionizada; para muestras de aguas marinas, Dejar reposar por 30 minutos a 2 horas
- Leer en espectrofotómetro a 880 nm con cubetas de paso óptico de 1 ó 5 cm respecto a la curva de calibración correspondiente.
- Si la muestra se analiza inicialmente con la curva baja y resulta mayor al patrón superior, debe releerse con la curva alta. Si también resulta superior al mayor patrón de ésta, es necesario repetir el proceso mediante la lectura de diluciones de la muestra. Para esto, debe realizarse como mínimo dos diluciones, se calculará el coeficiente de variación y si éste no supera 10%, se informará el valor promedio; en estos casos, es necesario multiplicar previamente por el factor de dilución.

5.5. Presentación de resultados

En función del espectrofotómetro utilizado, el resultado se obtendrá directamente en la curva de calibración del equipo. Se expresará con tres cifras decimales. Se debe consultar los datos de la curva vigente para informar aquellos resultados que resulten menores al límite de detección.

Bibliografía

- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 4-139 a 4-141, 4-144, 4-146 y 4-147, método 4500-P A, C y E.
- Rodier, J (1990) Análisis de las aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Ediciones Omega, S. A., Barcelona, 186-189.
- AENOR (1997) Calidad del agua. Medio Ambiente- Tomo 1. Recopilación de Normas UNE. Madrid, 259-282.
- Romero, JA (1996) Acuiquímica. Escuela Colombiana de Ingeniería. Bogotá, 101-105.
- EPA (2007) Part III, 40 CFR, Part 122, 136 et al. Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act: national Primary Drinking Water regulations; and National Secondary Drinking Water Regulations; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.
- MARES REGIONALES, Estándar chemical methods for marine environmental monitoring, UNEP 1991
- PARSON, MAITA, LALLI, A Manual of chemical and biological methods for seawater analysis.
- Manual de Técnicas del CIOH, paginas 31-33

6. Nitrito

Determinar la concentración de nitritos de una muestra de agua.

6.1. Fundamento

Este método llamado de Zambelli, se basa en la reacción del ácido sulfanílico, en medio clorhídrico y en presencia de ion amonio y fenol, con el grupo NO_2^- , lo que da lugar a la aparición de un compuesto de color amarillo-pardo. Este puede ser medido espectrofotométricamente a una longitud de onda de 425 nm y la absorbancia es proporcional a la concentración de nitritos en la muestra.

6.2. Ámbito de aplicación

El método es aplicable a aguas crudas, de proceso, aguas naturales, y aguas tratadas. No obstante, está dirigido fundamentalmente a verificar el cumplimiento de la legislación vigente para aguas potables (≤ 0.1 mg/L, artículo 8, Decreto 475/98) o para las aguas destinadas a consumo humano y doméstico previo tratamiento

6.3. Interferencias

En la medición de la absorción del complejo formado, pueden interferir alta turbidez y color presentes en las muestras. La turbidez puede disminuirse con filtración y/o centrifugación previa. Para muestras con color, es necesario analizar un blanco de muestra leyendo la absorción de esta a 425 nm sin adicionar los reactivos para el desarrollo del color.

6.4. Descripción de la metodología analítica

6.4.1. Colección, preservación y almacenaje de muestras:

Las muestras pueden colectarse en frascos plásticos o de vidrio. No existe método de preservación. Deben analizarse sin dilución para evitar la conversión a nitratos por las bacterias. En caso de requerirse almacenamiento por corto plazo, éste debe realizarse por refrigeración a 4°C o congelación a - 20°C por un tiempo no mayor de 24-48 horas.

6.4.2. Equipos y materiales:

- Espectrofotómetro para trabajar a 425 nm con cubetas de vidrio o cuarzo de 1 ó 5 cm de paso óptico.
- Vidriería de borosilicato lavada con agua y detergente, enjuagados con abundante agua potable y con agua destilada.

6.4.3. Reactivos:

Todos los reactivos son de grado analítico, excepto se indique alguna especificación.

- Reactivo de Zambelli: diluir 260 mL de ácido clorhídrico concentrado con 500 mL de agua destilada. Añadir 5.0 g de ácido sulfanílico y 7.5 g de fenol y calentar suavemente hasta disolverlos. Agregar 135 g de NH_4Cl y disolverlos. Dejar enfriar

y completar hasta 1000 mL con agua destilada en matraz aforado. Almacenar en refrigeración hasta seis meses en frasco ámbar.

- Amoníaco concentrado.
- Solución Madre de Nitritos: pesar 149.88 mg de nitrito de sodio (NaNO_2), disolverlos y enrasar con agua destilada en un matraz aforado de 1000 mL, previa adición de 1 mL de cloroformo. Un mL de esta solución contiene 0.1 mg de NO_2^- . Almacenar en refrigeración hasta seis meses en frasco ámbar.
- Solución Intermedia de Nitritos: tomar 10 mL de la Solución Madre de Nitrito y llevarla a 1000 mL con agua destilada. Esta Solución contiene 0.001 mg NO_2^- por un mL y se debe preparar al momento de usar.
- Solución Patrón de Nitritos: tomar 50 mL de la Solución Intermedia de nitritos y llevarla a 1000 mL con agua destilada. Un mL de esta solución es equivalente a 0.00005 mg de NO_2^- y se debe preparar al momento de usar.

6.4.4. Procedimiento:

Las condiciones ambientales no son críticas para la realización de este ensayo.

Preparación de la curva de calibración:

- Pipetear volúmenes crecientes de la solución patrón o de la solución intermedia de nitritos y completar a volumen con agua destilada para obtener al menos seis concentraciones comprendidas en el rango 0.000- 0.200 mg/L:
- Transferir los estándares anteriores a vasos de precipitado de 100 mL. Añadir 2 mL de reactivo de Zambelli. Agitar para mezclar bien y esperar 2 minutos.
- Añadir 2 mL de amoníaco y agitar.
- Leer inmediatamente en espectrofotómetro a 425 nm con cubetas de paso óptico de 1 ó 5 cm.

Verificación de la curva de calibración:

Cada vez que se analicen muestras, no es necesario construir una nueva curva de calibración, sino verificar la validez de la existente. En este caso, se prepara un estándar de concentración 0.050 mg/L y se lee como si fuera una muestra. Si el resultado es coincidente $\pm 10 \%$, se considera que la curva es válida y se procede a preparar y leer las muestras. En caso negativo, verificar los reactivos, y si es necesario, prepararlos nuevamente y construir una nueva curva de calibración.

Determinación de nitritos en muestras:

- Transferir 50 mL de muestra (previamente filtrada por membrana de 0.45 μm o sometida a centrifugación, en caso de ser necesario por presentar alta turbiedad), a un vaso de precipitados de 100 mL, adicionarle 2 mL de reactivo de Zambelli. Agitar para mezclar bien y esperar 2 minutos.
- Añadir 2 mL de amoníaco, agitar y esperar 5 minutos.
- Preparar y analizar un blanco de reactivos con agua bidestilada.
- Leer en espectrofotómetro a 425 nm con cubetas de paso óptico de 1cm respecto a la curva de calibración de nitritos.

6.5. Presentación de resultados

El resultado se obtendrá directamente en la curva de calibración del espectrofotómetro y se expresará con tres cifras decimales. Se debe consultar los datos de la curva vigente para informar aquellos resultados que resulten menores al límite de cuantificación.

Bibliografía

- Rodier, J (1990) Análisis de las aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Ediciones Omega, S. A., Barcelona, 149-151.
- BOE (1987) Orden de 1 de julio de 1987 por la que se aprueban los métodos oficiales de análisis fisico-químicos para aguas potables de consumo humano. Ministerio de las Cortes y Secretaría de Gobierno de España, N° 163, 20916-20917.
- APHA-AWWA-WEF (1998) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th Edition. New York, 3-75 y 3-76, método 3500.
- Ministerio de Salud de Colombia (1998) Decreto 475.
- Ministerio de Salud de Colombia (1984) Decreto 1594.

VALIDACIÓN Y VERIFICACIÓN DE MÉTODOS

Establecer el procedimiento para la validación o verificación de métodos de ensayo empleados en el área de fisicoquímica de un Laboratorio de Aguas.

7.1. Alcance

Aplica para todos los métodos de análisis que utiliza el laboratorio, según las prioridades de acreditación. Dado que en el laboratorio se aplican rutinariamente diversos métodos, varios de ellos acreditados, a los cuales no se les aplicó este procedimiento anteriormente, la validación o verificación tendrá en cuenta aquella información existente y cuya validez evita repetir la evaluación de alguna(s) variable(s), para poder usar toda la información previa que sea necesaria a la hora de elaborar el informe de validación o verificación.

7.2. Definiciones

Validación:

Confirmación mediante examen y aporte de evidencia objetiva de que se cumplen los requisitos particulares para el uso específico previsto de un método analítico.

Verificación:

Aportación de evidencia objetiva de que un elemento satisface los requisitos especificados. El laboratorio debe ser capaz de demostrar que el método es apropiado para resolver la tarea analítica en cuestión.

Especificidad:

Es la habilidad de un método analítico para distinguir el analito a determinar de otras sustancias presentes en la muestra. Los métodos de auto-definición no necesitan ser investigados desde el punto de vista de la especificidad.

Exactitud:

Es la concordancia entre el contenido verdadero de un analito específico en la muestra y el resultado del análisis. En este contexto se entiende por resultado la media de determinaciones duplicadas o un resultado simple, dependiendo de lo que se considere normal para el método. Debe hacerse una distinción entre los diferentes métodos analíticos, sobre la base de si hay o no métodos de referencia disponibles y/o materiales de referencia certificados, así como estudios de ensayos de aptitud.

Intervalo de trabajo o de medición:

Es el intervalo de concentración del analito que reúne los requisitos de calidad del método, experimentalmente demostrado.

Curva patrón:

Refleja la relación entre *cantidad/contenido* del analito en una solución de muestra y la respuesta de la medición resultante.

Linealidad:

Es la característica de tener una relación proporcional entre el parámetro analizado y el resultado deseado. La transformación matemática se lleva a cabo por medio de una función lineal. Esta función se puede aplicar solamente en un intervalo de concentración limitado, en el cual existe proporcionalidad.

Precisión:

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos independientes obtenidos bajo condiciones específicas. La precisión depende solamente de la distribución de los errores aleatorios, y no está asociada con el valor verdadero. Es una característica importante en la evaluación de todos los métodos cuantitativos.

Tabla 7. Tabla expresión de la precisión

Fuente de variabilidad	Repetibilidad	Reproducibilidad interna	Reproducibilidad
Muestra	Igual	Igual	Igual
Analista	Igual	Al menos uno diferente	Diferente
Equipo	Igual		Diferente
Día	Igual		Igual o diferente
Laboratorio	Igual	Igual	Diferente
Condiciones de medición	Igual	Al menos una diferente	Diferentes

Fuente: Elaboración propia

Debe tenerse presente que la precisión depende mucho de la concentración del analito y de la técnica analítica.

Error:

Diferencia entre un valor medido de una magnitud y un valor de referencia.

NOTA 1:

El concepto de error de medida puede emplearse a) cuando exista un único valor de referencia, como en el caso de realizar una calibración mediante un patrón cuyo valor medido tenga una incertidumbre de medida despreciable, o cuando

se toma un valor convencional, en cuyo caso el error es conocido. b) cuando el mensurando se supone representado por un valor verdadero único o por un conjunto de valores verdaderos, de amplitud despreciable, en cuyo caso el error es desconocido.

NOTA 2:

Conviene no confundir el error de medida con un error en la producción o con un error humano.

Error sistemático:

Componente del error de medida que, en mediciones repetidas, permanece constante o varía de manera predecible.

Límite de detección (LD):

Es el contenido de un analito que corresponde a la señal de medición más baja que con cierta confianza estadística puede ser interpretada como un indicador de que el analito está presente solución, pero no necesariamente permitiendo su exacta cuantificación.

Límite de cuantificación (LC):

Es la cantidad más baja de analito en una muestra que puede ser cuantitativamente determinada con cierta confianza.

Concentración a reportar (reporting level):

La más baja concentración dentro de un intervalo operacional de un método, que es considerada bastante confiable, y por lo tanto apropiada para ser reportada. Puede establecerse por mandato regulador, especificaciones del cliente o arbitrariamente con base a un nivel de confiabilidad aceptable. Ejemplos son LD, LC y MCR.

Mínima concentración reportada (MCR):

Es la mínima concentración que puede ser reportada cuantitativamente para un analito en una muestra. No es menor que la concentración del menor patrón de calibración y puede emplearse sólo si este menor patrón, cumple los criterios de calidad.

Robustez:

Es una medida de qué tan bien responde un método analítico ante una implementación no tan perfecta ya que si ciertas etapas del método no se implementan con el suficiente cuidado, pueden tener un efecto severo sobre la efectividad del método. Este parámetro no es objeto de verificación en el laboratorio, por cuanto ya ha sido evaluado para métodos normalizados.

Sensibilidad:

Es una medida de la magnitud de respuesta causada por cierta cantidad del analito.

Selectividad del método:

Un método es selectivo, si puede detectar diferentes componentes presentes en una muestra sin interferencias. Este parámetro no es objeto de verificación en el laboratorio, por cuanto ya ha sido evaluado para métodos normalizados.

Especificidad del método: Un método es específico, cuando la determinación de un analito no es afectada por otras sustancias como reactivos o constituyentes de la matriz. Este parámetro no es objeto de verificación en el laboratorio, por cuanto ya ha sido evaluado para métodos normalizados.

7.3. Procedimiento

7.3.1. Validación de métodos

Los métodos de análisis se deben validar en cualquiera de los siguientes casos: Métodos no normalizados, Métodos desarrollados por el laboratorio, Métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, Ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados.

Las variables evaluables comprenden:

Especificidad, Precisión expresada como repetibilidad y/o reproducibilidad, Exactitud, Intervalo de trabajo o de medición, Límites de detección y cuantificación, Robustez, Sensibilidad, Selectividad del método y Linealidad. La validación debe ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades del tipo de aplicación o del campo de aplicación dados. Por ejemplo, sensibilidad, selectividad y robustez deben evaluarse sólo cuando se realicen modificaciones en el método.

7.3.2. Verificación de métodos

Se debe verificar el desempeño de los métodos estandarizados o normalizados, los métodos de análisis se verifican en cualquiera de los siguientes casos:

Para verificar que el método es adecuado para su aplicación en el laboratorio, Cuando se incorporan mejoras al método o se amplía su alcance para matrices complejas, Cuando el control de calidad o las pruebas de evaluación de desempeño indican que el rendimiento del método es deficiente, Cuando se reemplacen equipos importantes que puedan afectar la calidad de los resultados, Cuando se realizan cambios en los métodos ya validados y/o verificados y la evaluación de tales cambios, debidamente documentada, indica que se debe verificar su influencia en el método. Cuando se cambia el analista no necesariamente se debe verificar el método de nuevo, sino que se hace una evaluación de desempeño del analista, antes de autorizarle su ejecución rutinaria.

Los parámetros de verificación para cada método dependen del principio físico o químico de la medición, ya que algunas variables no pueden ser cuantificadas porque no aplican o porque no existe un patrón de comparación confiable.

Tabla 8. Tabla parámetros de verificación analítica

Parámetro (Método)	pH (Electrometría)	Conductividad (electrometría)	Alcalinidad (volumetría)	Colorimetría
Intervalo	3-10	X	X	X
Límite de detección			X	X
Exactitud	X	X	X	X
Precisión	X	X	X	X

Fuente: Elaboración propia

7.3.3. Programación de ensayos

Antes de iniciar la etapa experimental, se debe elaborar un plan en que se definan los ensayos a realizar, con el fin de alistar todos los equipos, materiales, insumos, muestras y estándares necesarios para la verificación completa.

Los valores de cantidad o concentración de analito a ser analizados, se establecen con base al intervalo de aplicación del método, los valores usuales de las muestras y la información bibliográfica.

Los ensayos para evaluar precisión y exactitud deben ejecutarse más de un día, según la posibilidad de cada método y la estabilidad del analito.

7.3.4. Realización de ensayos

Intervalo de trabajo

La respuesta del método a la concentración no tiene que ser perfectamente lineal para que el método sea eficaz, pero si debe ser repetible cotidianamente. El intervalo de trabajo y el intervalo lineal pueden ser diferentes para diferentes matrices, según el efecto de las interferencias que aporte la matriz. Se hace la diferencia entre intervalo de trabajo e intervalo lineal debido a que algunas metodologías no presentan respuesta lineal a los cambios de concentración. "Preparación, identificación y conservación de reactivos, patrones, muestras internas, curvas de calibración y medios de cultivo". Los métodos gravimétricos y volumétricos (entre los que se encuentran grasas y aceites y nitrógeno Kjeldahl) no requieren la evaluación de la linealidad, pero si el método se utiliza para determinar muy bajas concentraciones debe hallarse entonces el límite de cuantificación.

Sensibilidad

Para los métodos que tienen un intervalo lineal de respuesta, la sensibilidad equivale a la pendiente promedio de las rectas de calibración obtenidas. La respuesta de algunos métodos se puede linealizar matemáticamente; en estos casos se evalúa la sensibilidad según esta linealización.

Precisión

Depende generalmente de la concentración del analito y el tipo de matriz y se debe determinar para diferentes concentraciones, por ejemplo, a niveles bajo, medio y elevado.

Para la repetibilidad, realizar al menos 3-5 determinaciones individuales de 2 ó 3 muestras de agua similares a las que usualmente se analizan. Y para la reproducibilidad interna, en función de la estabilidad del analito, si es posible, realizar determinaciones en al menos dos o preferiblemente tres días diferentes. Los ensayos de exactitud y recuperación repetidos bajo las mismas condiciones hacen parte de la evaluación de la precisión.

Como guía de aceptación para la repetibilidad: La cual está basada en la ecuación de Horwitz.

Tabla 9. Aceptación para la repetibilidad

Fracción de masa			[]	Repetibilidad (cv%)		
mg/g	g/g	%	mg/L	X	Min	Max
1E-09	1E-12	1E-10	0,000001	64,0	38,4	166,4
0,00000001	1E-11	1E-09	0,00001	45,3	27,2	117,7
0,0000001	1E-10	1E-08	0,0001	32,0	19,2	83,2
0,000001	1E-09	1E-07	0,001	22,6	13,6	58,8
0,00001	0,00000001	1E-06	0,01	16,0	9,6	41,6
0,0001	0,0000001	1E-05	0,1	11,3	6,8	29,4
0,001	0,000001	0,0001	1	8,0	4,8	20,8
0,01	0,00001	0,001	10	5,7	3,4	14,7
0,1	0,0001	0,01	100	4,0	2,4	10,4
1	0,001	0,1	1000	2,8	1,7	7,4
10	0,01	1	10000	2,0	1,2	5,2
100	0,1	10	100000	1,4	0,8	3,7
1000	1	100	1000000	1,0	0,6	2,6

Fuente: Elaboración propia

Exactitud

Dado que el contenido verdadero de la muestra siempre será desconocido, para evaluar este parámetro se depende de normas aceptadas como contenido certificado de un material de referencia (MR), resultados obtenidos utilizando un método validado o un resultado obtenido en un ensayo de aptitud.

Se dispone de un material de referencia certificado (MRC) u otro: si se trata de un material de referencia interno, siempre que sea posible, debe calibrarse contra un material de referencia certificado. Idealmente, el material empleado debe tener una concentración del analito similar al nivel de concentración en las muestras auténticas. Para los métodos en que sea necesario, se analizan blancos y se resta este valor a todos los resultados.

Se calcula el % de error relativo (%E):

$$\%E = (C_{\text{exp}} - C_{\text{ref}}) \times 100 / C_{\text{ref}}$$

Donde:

C_{exp} = concentración hallada experimentalmente

C_{ref} = concentración esperada

Y el puntaje Z (Zscore):

$$Z = (C_{\text{exp}} - C_{\text{ref}}) / S_{\text{ref}}$$

Donde:

S_{ref} = desviación estándar del valor esperado

El error admisible y el puntaje Z dependen de diversos factores como el tipo y nivel del analito, la matriz y el método de análisis.

Se dispone de un método de referencia: deben analizarse muestras por ambos métodos en el intervalo de trabajo. Se calcula la regresión lineal con base a los pares de valores de los dos métodos. Una correlación significativa y pendiente cercana a 45°, indican la exactitud del método evaluado.

Se dispone de ensayos de aptitud: tiene la limitante que la exactitud documentada es válida sólo para los niveles de analito y matrices pertinentes.

No se dispone de materiales de referencia ni ensayos de aptitud: se determina el recobrado o recuperación contaminando muestras con cantidades apropiadas de una especie química que contenga el analito en los rangos de concentración específicos de interés. Si el método se utiliza en varios niveles, se deben realizar ensayos de recuperación en, al menos, dos niveles y varias réplicas por nivel. El % de recuperación se calcula:

A)

$$\% \text{ recuperación} = \left[\frac{(ce - com)}{ca} \right] * 100$$

Donde:

ce = concentración leída de la muestra adicionada con analito

c_{om} = concentración original en la muestra (sin analito añadido)
 c_a = concentración de analito añadido

B)

$$\% \text{ recuperación} = C_{real}/C_{teórica} * 100$$

Donde:

C_{real} = concentración leída de la muestra adicionada con analito

$C_{teórica}$ = concentración teórica de la muestra adicionada con analito

El orden de prioridad para evaluar exactitud, va de 1 a 4 pero siempre que sea posible, se recomienda la aplicación combinada de al menos dos de las variantes anteriores.

Límites de detección (LD) y de cuantificación (LC)

Realice el análisis de muestras-blancas y calcule la desviación típica (S_{bl}) y la media (X_{bl}) de estos resultados. Para calcular el límite de detección, aplique la fórmula:

$$LD = X_{bl} + 3 S_{bl}$$

Para calcular el límite de cuantificación, la fórmula:

$$LC = X_{bl} + 10 S_{bl}$$

Deben analizarse al menos 7 blancos y en los casos que el analito es determinado utilizando una curva patrón, los límites son calculados a partir de ésta. El concepto de límite de detección aplica generalmente para métodos espectrofotométricos, cromatográficos y algunos electrométricos; no siempre es aplicable para métodos volumétricos ni gravimétricos. El concepto de límite de cuantificación aplica para la mayoría de métodos de ensayo, aunque no siempre es aplicable para métodos de medición físicos. Para los métodos en que no sea aplicable el concepto de límite de detección, se adopta la definición de límite de cuantificación con un criterio de aceptación particular, basado en valores máximos aceptables de precisión, exactitud y/o incertidumbre.

7.3.5. Otras variables aplicables para validación de métodos

Los siguientes parámetros no se evalúan usualmente en la verificación de métodos normalizados, pero sí son de aplicación para las validaciones como tal. La información proporcionada a continuación es solamente ilustrativa, porque en estos casos se deben definir y aplicar diseños experimentales estadísticos multivariados.

Confirmación de identificación, selectividad y especificidad.

La identidad se establece cuando la señal producida en la etapa de medición puede ser atribuida únicamente al analito y no a la presencia de algo similar o la coincidencia.

La selectividad y la especificidad evalúan la confiabilidad de las mediciones ante la presencia de interferencias; la especificidad se considera por lo general como un 100% de selectividad.

La selectividad puede estar afectada por la existencia del analito en más de una forma (libre, enlazado o en diferentes estados de oxidación, por ejemplo). Las interferencias pueden disminuir o aumentar la señal atribuida al analito. Si no se sabe sobre la existencia o no de interferencias, se puede valorar la selectividad del método por comparación con la aplicación de otro método.

Para cuantificar estas variables, cuando sea necesario, se pueden realizar ensayos como:

- Análisis de muestras y materiales de referencia mediante dos o más métodos, para confirmar si el método es capaz de medir el analito separadamente de otras interferencias.
- Análisis, por métodos como la adición estándar, muestras que contengan el analito y algunas interferencias y establecer cómo éstas influyen en la cuantificación del analito.

La selectividad de un método se estudia adicionando a una muestra las interferencias que se crea tengan mayor probabilidad de estar presentes en las muestras.

Robustez, cuando se requiera validar modificaciones de métodos, se realizan variaciones deliberadas en las etapas o factores críticos del método y se cuantifica el efecto en el rendimiento, antes de entrar en estudios de colaboración.

7.4. Informe final

Una vez terminada la verificación, el analista encargado elabora un informe con los resultados del proceso, para ser aprobado por el Jefe de Laboratorio mediante la firma de la declaración de conformidad del método.

El informe debe ser concreto e incluir, por lo menos:

- Objetivo: “confirmar que el método... es adecuado para el análisis de muestras de...”
- Alcance: parámetros que serán evaluados.
- Recursos: hacer referencia a la Instrucción de Ensayo correspondiente donde aparecen relacionados entre otros, los equipos de medición, los reactivos y los estándares y otros materiales o insumos utilizados. Puede

hacerse énfasis en los que tienen un efecto significativo sobre los resultados.

- Procedimiento: hacer referencia a la Instrucción de Ensayo correspondiente. De considerarse relevante puede hacerse una explicación resumida de algún aspecto que lo amerite.
- Resultados y cálculos: tablas debidamente organizadas que incluyan un resumen de los resultados de los ensayos, antes y después del rechazo de datos; en esas mismas o en otras tablas se pueden incluir los resultados de los cálculos estadísticos.
- Análisis de resultados: se incluye la especificación de los requisitos que debe cumplir el método; se hace una explicación, cuando sea relevante, de lo que significan los valores obtenidos en la verificación; no se deben incluir frases que repitan lo dicho en el procedimiento sino explicaciones que aporten valor agregado al documento.
- Conclusiones: se concluye que se ha verificado que el laboratorio puede cumplir los requisitos al usar el método; puede incluirse una tabla en que se resuman los resultados estadísticos del proceso de verificación del método.
- Declaración de conformidad: “de acuerdo a los resultados obtenidos, el método... se ajusta al uso propuesto...”; puede ser la conclusión final.

El informe debe incluir todas las especificaciones y detalles a que haya lugar para la correcta comprensión del documento sin necesidad de explicaciones verbales. Cuando la verificación sea satisfactoria, el Jefe del Laboratorio firma la declaración de conformidad; en caso contrario no lo hace hasta que tal declaración sea verdadera.

Bibliografía

- Cortés, C. 2010. Validación de métodos. Docto. No. MP-CA005-02 Entidad Mexicana de Acreditación (EMA). México.
- Cortés, C. y García, R. 2009. Validación con base en los criterios de aplicación de la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 en mediciones químicas y físicas. Entidad Mexicana de Acreditación. México, DF.
- Cortes, G. 1999. Lineamientos para el control de calidad analítica. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM. Colombia.
- Norma Técnica Colombiana NTC-ISO 3650-1"Calidad del agua. Vocabulario. Parte 1. 2010-07-28

-

GRÁFICOS DE CONTROL

Describir el procedimiento para la elaboración y empleo de gráficos de control con el propósito de verificar el correcto funcionamiento de equipos y procedimientos analíticos a través del tiempo.

8.1. Alcance

Un gráfico o diagrama de control es un trazo gráfico de los resultados de los análisis con relación al tiempo o secuencia de mediciones, con límites dentro de los cuales se espera que estén los resultados cuando el procedimiento analítico esté bajo control.

Este procedimiento se aplicará a ensayos que requieran o no de una medición instrumental.

8.2. Elaboración de gráficos de control

Se registran en archivos magnéticos donde la introducción de los datos permite la fácil actualización de las diferentes variables como promedio, desviación estándar o tendencia del conjunto de resultados que están siendo evaluados.

Existen dos posibilidades:

- Cuando se preestablece un límite para los resultados
- Cuando sea necesario establecer límites de control y alerta

Cuando se preestablece un límite para los resultados:

Esto se realiza con patrones o materiales de referencia para los cuales inicialmente debe establecerse un límite de error máximo que considere factores como analito, nivel esperado y procedimiento de análisis. Como generalidad, inicialmente se asumirá $\pm 10\%$ del valor teórico, por lo que $X+10\%$ y $X-10\%$ funcionarán como límites de control superior (LCS) e inferior (LCI), respectivamente. Una vez acumulados suficientes datos, este valor debe revisarse anualmente y actualizarse si procediera.

Cuando sea necesario establecer límites de control y alerta:

Se aplica tanto a ensayos que no requieren el empleo de técnicas instrumentales de análisis (por ejemplo, valoraciones volumétricas) como a los que sí empleen equipos. Se realiza mediante el análisis de un patrón o de una "muestra control" cuyo tiempo de conservación permita construir y emplear el gráfico durante períodos razonables de tiempo.

Se obtienen los datos durante la serie de trabajo establecida, la que habitualmente no será inferior a 11 resultados.

- Se calculan la media (\bar{X}) y la desviación estándar (S) para el conjunto de valores.
- En el eje de ordenadas se representan dos líneas a $\bar{X} \pm 2S$ (límites de alerta superior e inferior, LAS y LAI) y dos líneas a $\bar{X} \pm 3S$ (límites de control superior e inferior, LCS y LCI).
- Se representan los valores individuales del conjunto de datos. Si todos los puntos representados se encuentran entre las dos líneas extremas, el procedimiento se encuentra bajo control, se da por concluido el "PERIODO BASE" y se pasa a la fase siguiente; o si algún punto se encuentra fuera de estas líneas, se buscan las causas que han introducido la variabilidad, se corrigen y se comienza nuevamente el período base.

Período de Vigilancia:

Con la periodicidad establecida, se hará una determinación del patrón o la "muestra control" y el dato se incluirá en el gráfico anteriormente construido, se considera que el procedimiento continúa bajo control si no se presenta alguna de las situaciones descritas.

Mantenimiento:

Cuando se empleen "muestras control", al agotarse ésta, deberá elaborarse un nuevo gráfico.

8.3. Interpretación de resultados

Es aconsejable el empleo combinado de los dos criterios antes expuestos, lo que permitirá en cada situación definir si el procedimiento está o no bajo control.

Como guía, se considera que el procedimiento continúa bajo control si no se presenta alguna de las situaciones siguientes:

- Límite de control (LC): si un punto lo excede, repita el análisis inmediatamente. Si el nuevo valor es $< LC$, prosiga el análisis pero si aún excede el LC, interrumpa el análisis hasta resolver el problema.
- Límite de alerta (LA): dos de tres puntos sucesivos, exceden el LA, repita el análisis. Si el nuevo valor es $< LA$, prosiga el análisis pero si aún excede el LA, interrumpa el análisis y evalúe la posibilidad de sesgo.
- Tendencia de puntos: siete puntos consecutivos en orden creciente o decreciente entre sí.
- Efectos alternativos sistemáticos: existencia de 14 puntos alternativos consecutivos.

En cualquier situación anómala, deberá investigarse la posible causa, para lo que se tomarán las acciones pertinentes como: revisar el equipo y/o el estado de los reactivos, rehacer la curva de calibración. En caso que no sea posible solucionar la anomalía, deberá evaluarse su efecto sobre los resultados previamente

obtenidos y adoptarse los correctivos pertinentes. Si la falla fuese causada por un equipo, deberá identificarse éste como fuera de especificaciones y ponerse en contacto con el servicio técnico correspondiente.

Bibliografía

- Garfield, FM (1993) Principios de garantía de calidad para laboratorios analíticos. Capítulo 2. (págs. 20 -25). AOAC International, EUA.
- APHA-AWWA-WEF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. New York, 1-8 a 1-11.

INFORME DE LABORATORIO

A continuación se describe el contenido de un informe de laboratorio tipo artículo científico.

9.1. Estructura general:

Portada

- Título y número del experimento
- Nombre y código de los integrantes del grupo
- Nombre del profesor
- Fecha de entrega del informe

Resumen

Una síntesis de un solo párrafo (máximo ocho renglones) del objetivo de la práctica y su conclusión principal.

Introducción y objetivos

Descripción ampliada del propósito u objetivo del trabajo así como aspectos generales relevantes. También deben consignarse aquí las hipótesis que se ponen a prueba en el experimento.

Marco teórico

Breve fundamentación teórica del experimento basada en los textos de consulta.

Procedimiento experimental

Descripción de las técnicas experimentales usadas, apoyadas en dibujos, gráficas o ejemplos que ayuden a visualizar el experimento.

Datos obtenidos

Donde se deben consignar los datos de las mediciones directas realizadas en el laboratorio. Las tablas de datos, ilustraciones y gráficas, se identifican con números de series y una leyenda concisa y clara. Los encabezados de las columnas deben contener el nombre de la variable, su símbolo y unidades de medida. Junto a cada entrada numérica debe figurar la respectiva incertidumbre, a menos que un análisis de incertidumbre separado clasifique la precisión de las mediciones. Las gráficas deben tener los ejes coordenados debidamente identificados con sus unidades.

Análisis y discusión de resultados

Se debe efectuar un análisis riguroso de los datos, las consecuencias, de las observaciones y de las implicaciones físicas de las relaciones entre variables. Si hay un análisis por separado de las incertidumbres experimentales, por métodos estadísticos o no estadísticos, debe incluirse en esta sección.

Conclusiones

La justificación para escribir un informe de laboratorio la constituyen las conclusiones que obtenemos a partir de nuestras observaciones y medidas. Se discute el acuerdo o la discrepancia entre el modelo propuesto y el comportamiento observado, así como la validez de las hipótesis planteadas. Finalmente se procede a efectuar interpretaciones o conjeturas sobre las razones de las discrepancias y a sugerir refinamientos bien sea del modelo o del procedimiento experimental, que permitan dilucidar los interrogantes a los que el experimento dio lugar.

Referencias

Según normas ICONTEC.

Bibliografía:

- Simanca, M., Álvarez, B. y Paternina, R. 2010. Calidad física, química y bacteriológica del agua envasada en el municipio de Montería. Temas Agrarios. 15:(1) 71–83.
- Guidelines for Drinking-water Quality, FOURTH EDITION 1.Potable water standards. 2.Water - standards. 3.Water quality - standards. 4.Guidelines. I.World Health Organization. I© World Health Organization 2011 SBN 978 92 4 154815 1(NLM classification: WA 675)

ANEXOS

MAGNITUDES - UNIDADES

El Sistema Internacional de Unidades (SI) establece siete *unidades básicas* de medida, éstas son indicadas en la siguiente tabla:

Magnitud	Unidad	Símbolo
Longitud	metro	m
Masa	kilogramo	kg
Tiempo	segundo	s
Corriente eléctrica	Ampere	A
Temperatura	Kelvin	K
Cantidad de sustancia	Mol	mol
Intensidad luminosa	candela	cd

Se han elegido prefijos especiales para múltiplos y submúltiplos de unidades. Algunos de los prefijos en uso son los siguientes:

Múltiplos y Submúltiplos	Nombre	Símbolo
10^6	Mega	M
10^3	Kilo	k
10^{-3}	Mili	m
10^{-6}	Micro	μ
10^{-9}	Nano	n

Unidades de longitud

Sus equivalencias con el metro son:

1 kilómetro (km)	=	10^3 m
1 centímetro (cm)	=	10^{-2} m
1 milímetro (mm)	=	10^{-3} m
1 micrómetro (μ m)	=	10^{-6} m
1 nanómetro (nm)	=	10^{-9} m
1 angstrom (Å)	=	10^{-10} m

Unidades de masa

La unidad de masa en el SI es el kilogramo (kg) y en el sistema cgs es el gramo (g).

Equivalencias con el kilogramo (kg):

1 kg = 10^3 g
1 kg = 10^6 mg
1 kg = 10^9 μ g

Unidades derivadas

Se forman a partir de dos o más unidades básicas por operaciones matemáticas sencillas. Ejemplos de magnitudes derivadas:

Magnitudes	UNIDADES		Equivalencias
	SI	cgs	
Densidad	kg /m ³	g /cm ³	
Presión	N/ m ² = 1 Pa (Pascal)	dyn/cm ² = 1 ba (baria)	10 ⁵ Pa = 1 bar
Velocidad	m/s	cm/s	
Aceleración	m/ s ²	cm/s ²	
Fuerza	kg x m / s ² = 1 N (Newton)	g x cm / s ² = 1 dyn (dina)	
Peso	kg x m / s ² = 1 N (Newton)	g x cm / s ² = 1 dyn (dina)	1 N = 10 ⁵ dyn
Energía	kg m ² /s ² =N m = 1J (Joule)	g cm ² /s ² = dyn cm=1 erg (ergios)	1 J = 10 ⁷ erg
Peso Específico	N/ m ³	dyn/cm ³	

Unidades Especiales

Para la energía térmica o calor se suele utilizar como unidad de cantidad de calor la caloría (cal), que no es una unidad del SI. Un múltiplo de esta unidad es la kilocaloría (kcal) y su equivalencia con la caloría es:

$$1 \text{ kcal} = 10^3 \text{ cal}$$

La equivalencia entre energía térmica o calor y energía mecánica se denomina *equivalente mecánico del calor*:

$$1 \text{ cal} = 4,184 \text{ J}$$

La unidad de presión utilizada comúnmente es la atmósfera. Las equivalencias entre las distintas unidades de presión son:

$$1,013 \cdot 10^5 \text{ Pa} = 1 \text{ atm} = 1,013 \text{ bar} = 760 \text{ mmHg}$$

Unidades de temperatura

En la escala Celsius el grado se llama grado centígrado y se simboliza °C. En el SI la escala de temperatura es la escala Kelvin, el grado se llama grado kelvin y se simboliza K. El grado centígrado es igual en amplitud al grado kelvin.

Si se utiliza t para simbolizar una temperatura en la escala Celsius y T en la escala Kelvin.

Puede calcularse la temperatura en una de estas escalas, teniendo el valor en la otra

escala, a través de las siguientes ecuaciones:

$$t = T - 273^\circ \quad \text{o} \quad T = t + 273$$

CONSTANTES FÍSICAS

Aceleración de la gravedad a nivel del mar	$g = 9,80665 \text{ m/s}^2$
Carga del electrón	$- 1,60218 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Masa del electrón	$m_e = 9,10939 \cdot 10^{-28} \text{ g}$
Carga del protón	$+ 1,60218 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Masa del protón	$m_p = 1,67262 \cdot 10^{-24} \text{ g}$
Masa del neutrón	$m_n = 1,67493 \cdot 10^{-24} \text{ g}$
Velocidad de la luz en el vacío	$C = 2,9979 \cdot 10^8 \text{ m/s}$
Número de Avogadro	$N = 6,02214 \cdot 10^{23} \text{ partículas / mol}$
Unidad de masa atómica (uma)	$1,66054 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$
Constante Universal de los gases ideales	$R = 8,31434 \text{ J / mol.K}$ $8,31434 \text{ Pa m}^3 / \text{mol K}$ $1,92 \text{ cal / mol K}$ $0,082 \text{ L atm/ mol K}$
Constante de Faraday	$F = 96485,3 \text{ C/mol}$

SOLUBILIDAD EN AGUA DE ALGUNOS COMPUESTOS
INORGÁNICOS, A DISTINTAS TEMPERATURAS

SUSTANCIA	SOLUBILIDAD (gramos de sustancia en 100 g de agua)		
	0°C	20°C	30°C
AgCl	--	$1,5 \cdot 10^{-4}$	--
AgF	182 a 15,5 °C		
AgI	--	--	$3 \cdot 10^{-7}$
Ag ₂ S	--	$1,4 \cdot 10^{-5}$	--
BaCl ₂	31,6	35,7	38,2
BaCl ₂ ·2H ₂ O	--	35,7	--
BaCrO ₄	--	$3,7 \cdot 10^{-4}$	$4,6 \cdot 10^{-4}$
BaSO ₄	$1,15 \cdot 10^{-4}$	$2,4 \cdot 10^{-4}$	$2,85 \cdot 10^{-4}$
CaBr ₂	--	142	--
CaCl ₂	--	74,5	--
CaCrO ₄	22,4	18.2 a 45°C	
CaF ₂	1.6 10 ⁻³ a 18°C y 1.7 10 ⁻³ a 26°C		
CaI ₂	--	209	--
Ca(OH) ₂	$1.85 \cdot 10^{-1}$	$1.65 \cdot 10^{-1}$	$1.53 \cdot 10^{-1}$
CaSO ₄	$1.76 \cdot 10^{-1}$	--	$2.09 \cdot 10^{-1}$
Ca(HCO ₃) ₂	16.5	16.6	--
CaCO ₃	1.53 10 ⁻³ a 25 °C y 1.90 10 ⁻³ a 75°C		
SrSO ₄	--	--	$1.14 \cdot 10^{-2}$
SrCrO ₄	0.12 a 15°C y 3 a 100°C		
Hg ₂ Cl ₂	2 10 ⁻⁴ a 25°C		
KCl	27.6	34.0	37.0
K ₂ CrO ₄	58.2	61.7	63.4
KI	127.5	144	152
K ₂ SO ₄	7.35	11.11	12.97
LiOH	12.7	12.8	12.9
LiCl	143	177	191
Li ₂ CO ₃	1.54	1.33	1.25
LiF	0.27 a 18°C		
Li ₃ PO ₄	0.039 a 18 °C		
MgSO ₄	26	--	--
MgCO ₃	--	--	--
(NH ₄) ₂ HPO ₄	131 a 15 °C		75
NH ₄ H ₂ PO ₄	--	--	43
(NH ₄) ₂ SO ₄	70.6	75.4	78.0
NaCl	35.7	36.0	36.3
NaHCO ₃	6.9	9.6	11.1
Na ₂ CO ₃	7.1	--	--
Na ₂ SO ₄	48,8 a 40°C, 46,7 a 50°C y 43,7 a 80°C		
PbCl ₂	0.673	0.99	1.2

CONSTANTE DE LA LEY DE HENRY
PARA GASES DISUELTOS EN AGUA A 20°C

Gas	K (mol/L atm)
Aire	$7,9 \cdot 10^{-4}$
Argón (Ar)	$1,5 \cdot 10^{-3}$
Dióxido de carbono (CO ₂)	$2,3 \cdot 10^{-2}$
Helio (He)	$3,7 \cdot 10^{-4}$
Hidrógeno (H ₂)	$8,5 \cdot 10^{-4}$
Neón (Ne)	$5,0 \cdot 10^{-4}$
Nitrógeno (N ₂)	$7,0 \cdot 10^{-4}$
Oxígeno (O ₂)	$1,3 \cdot 10^{-3}$

PRESION DE VAPOR DEL AGUA A DIFERENTES
TEMPERATURAS

Temperatura (°C)	Presión (Pa)	Temperatura (°C)	Presión (Pa)	Temperatura (°C)	Presión (Pa)
0	$0,0061 \cdot 10^5$	15	$0,0170 \cdot 10^5$	30	$0,0424 \cdot 10^5$
1	$0,0065 \cdot 10^5$	16	$0,0181 \cdot 10^5$	31	$0,0449 \cdot 10^5$
2	$0,0070 \cdot 10^5$	17	$0,0193 \cdot 10^5$	32	$0,0476 \cdot 10^5$
3	$0,0076 \cdot 10^5$	18	$0,0206 \cdot 10^5$	33	$0,0502 \cdot 10^5$
4	$0,0081 \cdot 10^5$	19	$0,0219 \cdot 10^5$	34	$0,0532 \cdot 10^5$
5	$0,0086 \cdot 10^5$	20	$0,0233 \cdot 10^5$	35	$0,0562 \cdot 10^5$
6	$0,0093 \cdot 10^5$	21	$0,0249 \cdot 10^5$	-	-
7	$0,0099 \cdot 10^5$	22	$0,0263 \cdot 10^5$	100	$1,0130 \cdot 10^5$
8	$0,0106 \cdot 10^5$	23	$0,0281 \cdot 10^5$		
9	$0,0114 \cdot 10^5$	24	$0,0298 \cdot 10^5$		
10	$0,0122 \cdot 10^5$	25	$0,0317 \cdot 10^5$		
11	$0,0130 \cdot 10^5$	26	$0,0335 \cdot 10^5$		
12	$0,0139 \cdot 10^5$	27	$0,0356 \cdot 10^5$		
13	$0,0149 \cdot 10^5$	28	$0,0377 \cdot 10^5$		
14	$0,0159 \cdot 10^5$	29	$0,0399 \cdot 10^5$		

CONSTANTES CRIOSCÓPICAS (K_c), EBULLOSCÓPICAS (K_{eb}) Y
TEMPERATURAS DE FUSIÓN Y EBULLICIÓN, A $1,013 \cdot 10^5$ Pa, DE
ALGUNOS DISOLVENTES

Disolvente	Temperatura de fusión (°C)	K_c (grado, °C o K, kg/mol)	Temperatura de ebullición (°C)	K_{eb} (grado, °C o K, kg/mol)
Acetona (CH_3COCH_3)	-95,3	2,4	56,2	1,71
Benceno (C_6H_6)	5,5	5,12	80,1	2,53
Alcanfor ($C_{10}H_{16}O$)	179,8	39,7	204	5,61
Tetracloruro de carbono (CCl_4)	-23,0	29,8	76,5	4,95
Ciclohexano (C_6H_{12})	6,5	20,1	80,7	2,79
Naftaleno ($C_{10}H_8$)	80,5	6,94	217,7	5,8
Fenol (C_6H_5OH)	43,0	7,27	182,0	3,04
Nitrobenceno ($C_6H_5NO_2$)	5,7	7,0	210,9	5,24
Agua (H_2O)	0,0	1,86	100,0	0,51
Acido acético (CH_3COOH)	16,6	3,9	117,9	2,93

RANGO DE pH Y CAMBIOS DE COLOR DE ALGUNOS INDICADORES ACIDO-BASE

ESCALA DE pH

0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14

INDICADORES

Anaranjado de metilo	← rojo → 3,1 — 4,4	← amarillo →	
Rojo de metilo	← rojo → 4,4 — 6,2	← amarillo →	
Azul de bromotimol	← amarillo → 6,2 — 7,6	← azul →	
Rojo neutro	← rojo → 6,8 — 8,0	← amarillo →	
Fenolftaleína	← incoloro → 8,0 — 10,0	← rojo → incoloro	

Biografía de Autores

Carlos Alberto Severiche Sierra

Químico (Universidad de Cartagena, Colombia), Especialista en Ingeniería Sanitaria y Ambiental (Universidad de Cartagena, Colombia), Magister en Desarrollo Sostenible y Medio Ambiente (Universidad de Manizales, Colombia). Diplomados en Habilidades Docentes, Docencia en Ambientes Virtuales de Aprendizaje y Educación a Distancia, Gestión Ambiental Urbana, Análisis Instrumental y Validación de Métodos Analíticos. Docente Universitario en el área Ambiental, Salud Ocupacional y Petroquímica en la Universidad de Cartagena y Universidad Tecnológica de Bolívar. Experiencia investigativa y profesional en el programa de Calidad Ambiental Marina del Instituto de Investigaciones Marinas y Costeras de Colombia INVEMAR, en el Laboratorio de Calidad de Aguas de la empresa Aguas de Cartagena SA ESP. Beca Joven Investigador e Innovador del Departamento Administrativo de Ciencia, Tecnología e Innovación de Colombia COLCIENCIAS. Representante Docente al Comité Curricular del Programa de Sistemas de Saneamiento Ambiental e Investigador del Grupo de Investigaciones en Sistemas Ambientales y Materiales GISAM de la Universidad Tecnológica de Bolívar.

Marlon Enrique Castillo Bertel

Químico (Universidad de Cartagena, Colombia). Docente Universitario en el área Ambiental, en la Universidad Tecnológica de Bolívar. Experiencia profesional en el Laboratorio de Calidad de Aguas de la empresa Aguas de Cartagena SA ESP.

Rosa Leonor Acevedo Barrios

Bióloga (Universidad del Atlántico, Colombia), Magister en Microbiología (Universidad de La Habana, Cuba), Doctoranda en Toxicología Ambiental (Universidad de Cartagena, Colombia). Diplomada en Competencias Comunicativas, Habilidades Docentes, Docencia en Educación Superior, Docencia en Ambientes Virtuales de Aprendizaje. Docente Universitaria en el área Ambiental y Microbiológica por más de 10 años en diferentes instituciones entre ellas la Universidad del Norte (Barranquilla), Universidad de Sucre (Sincalejo), Corporación Universitaria Rafael Núñez (Cartagena), Universidad de Manizales (Manizales), Universidad Tecnológica de Bolívar (Cartagena). Experiencia investigativa y profesional en Instituto de Pesca y Agricultura de Colombia INPA, Parques Nacionales Naturales de Colombia, Centro Nacional de Investigaciones Científicas (La Habana, Cuba). Ex directora de programas del área Petroquímica y Ambiental e Investigadora del Grupo de Investigaciones en Sistemas Ambientales y Materiales GISAM de la Universidad Tecnológica de Bolívar.