

**UNIVERSIDAD MAYOR DE SAN ANDRÉS  
FACULTAD DE CIENCIAS PURAS Y NATURALES  
CARRERA DE CIENCIAS QUÍMICAS**



**ENSAYOS FÍSICOQUÍMICOS EN MUESTRAS DE AGUAS  
LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL**

*Nombre: Santiago Tarqui Tarqui*

*Docente Guía: Dra. María Eugenia García*

**LA PAZ - BOLIVIA**

**2010**

## INDICE

### *Capitulo I*

<b>1. INTRODUCCION</b> .....	1
<b>2. JUSTIFICACIÓN</b> .....	3
<b>3. MARCO TEORICO</b> .....	4
<b>3.1 EL CICLO HIDROLÓGICO</b> .....	4
<b>3.2 CONTAMINACIÓN AMBIENTAL</b> .....	4
<b>3.2.1 TIPOS DE CONTAMINACIÓN</b> .....	4
<b>3.3 PARÁMETROS FÍSICOS DE LA CALIDAD DEL AGUA</b> .....	6
<b>3.4 PARÁMETROS QUÍMICOS DE LA CALIDAD DEL AGUA</b> .....	6
<b>3.5 PARÁMETROS BIOLÓGICOS DE LA CALIDAD DEL AGUA</b> .....	6
<b>3.6 REQUERIMIENTOS DE LA CALIDAD DEL AGUA</b> .....	6
<b>3.7 CONTAMINACIÓN DEL AGUA</b> .....	7
<b>3.7.1 ACEITES Y GRASAS</b> .....	8
<b>3.7.2 CLORUROS</b> .....	9
<b>3.7.3 CONDUCTIVIDAD</b> .....	10
<b>3.7.4 DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO)</b> .....	11
<b>3.7.5 DEMANDA QUIMICA DE OXÍGENO (DQO)</b> .....	11
<b>3.7.6 NITRÓGENO Y FÓSFORO</b> .....	12
<b>3.7.7 pH</b> .....	15
<b>3.7.8 SÓLIDOS</b> .....	15
<b>3.7.8.1 SÓLIDOS TOTALES</b> .....	15
<b>3.7.8.2 SÓLIDOS SUSPENDIDOS</b> .....	16
<b>3.7.8.3 SÓLIDOS DISUELTOS</b> .....	16
<b>3.7.9 SULFATOS</b> .....	16
<b>3.7.10 TURBIEDAD</b> .....	17
<b>3.8 CLASIFICACIÓN DE LOS CUERPOS DE AGUA</b> .....	17
<b>3.9 VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ANALISIS QUÍMICOS</b> .....	18
<b>3.9.1 CUÁNDO DEBEN VALIDARSE LOS MÉTODOS</b> .....	19
<b>3.9.2 ELECCIÓN, DESARROLLO Y EVALUACIÓN DE MÉTODOS</b> .....	19
<b>3.9.3 PARÁMETROS TOMADOS EN CUENTA EN UNA VALIDACIÓN</b> .....	20
<b>3.9.3.1 CONFIRMACIÓN DE LA IDENTIDAD</b> .....	20
<b>3.9.3.2 SELECTIVIDAD</b> .....	20
<b>3.9.3.3 ESPECIFICIDAD</b> .....	20
<b>3.9.3.4 LÍMITE DE DETECCIÓN</b> .....	21
<b>3.9.3.5 LIMITE DE CUANTIFICACIÓN (LC)</b> .....	21
<b>3.9.3.6 INTERVALO DE TRABAJO E INTERVALO LINEAL</b> .....	21
<b>3.9.3.7 Exactitud</b> .....	22
<b>3.9.3.8 LA PRECISIÓN</b> .....	22
<b>3.9.3.9 REPETITIVIDAD</b> .....	23

### *Capitulo II*

<b>4 OBJETIVOS</b> .....	24
<b>4.1 OBJETIVO GENERAL</b> .....	24
<b>4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS</b> .....	24

### *Capítulo III*

<b>5 PARTE EXPERIMENTAL</b> .....	25
<b>5.1 EQUIPOS MATERIALES Y REACTIVOS</b> .....	25
<b>5.1.1 EQUIPOS</b> .....	25

<b>5.1.2 MATERIALES VOLUMETRICOS</b> .....	25
<b>5.1.3 OTROS MATERIALES</b> .....	26
<b>5.1.4 REACTIVOS</b> .....	26
<b>5.3 METODOLOGÍA</b> .....	26
<b>5.3.1 MUESTRAS</b> .....	26
<b>5.3.2 LIMPIEZA DE LOS MATERIALES</b> .....	27
<b>5.3.3 ENSAYOS</b> .....	27
<b>5.3.3.1 DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS</b> .....	27
<b>5.3.3.2 CLORUROS</b> .....	29
<b>5.3.3.3 CONDUCTIVIDAD</b> .....	31
<b>5.3.3.4 DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO<sub>5</sub>)</b> .....	33
<b>5.3.3.5 DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)</b> .....	37
<b>5.3.3.6 TURBIDEZ</b> .....	40
<b>5.3.3.7 NITRÓGENO - AMONIO</b> .....	42
<b>5.3.3.8 NITRÓGENO – NITRATO</b> .....	44
<b>5.3.3.9 NITRÓGENO – NITRITOS</b> .....	45
<b>5.3.3.10 pH</b> .....	47
<b>5.3.3.11 SÓLIDOS - TOTALES</b> .....	49

*Capítulo IV*

<b>6 RESULTADOS</b> .....	51
<b>7. CONCLUSIONES</b> .....	51
<b>8. RECOMENDACIONES</b> .....	52

Sección II (Validación)

<b>9 OBJETIVOS</b> .....	54
<b>9.1 OBJETIVO GENERAL</b> .....	54
<b>9.2 OBJETIVOS ESPECIFICO</b> .....	54
<b>10 FUNDAMENTO TEORICO</b> .....	54
<b>10.1 ANALISIS DE SULFATOS</b> .....	54
<b>10.2 NORMAS ISO EN TURBIDIMETRIA</b> .....	55
<b>11. JUSTIFICACIÓN</b> .....	56
<b>12. PARTE EXPERIMENTAL</b> .....	56
<b>12.1 MÉTODO</b> .....	56
<b>12.2 MATERIALES EQUIPOS Y REACTIVOS</b> .....	56
<b>12.2.1 MATERIALES</b> .....	56
<b>12.2.2 EQUIPOS</b> .....	57
<b>12.2.3 REACTIVOS</b> .....	57
<b>13 RESULTADOS</b> .....	58
<b>13.1 LIMITE DE DETECCIÓN</b> .....	58
<b>13.2 LINEALIDAD</b> .....	58
<b>13.3 REPETITIVIDAD DE LAS CURVAS DE CALIBRACIÓN</b> .....	59
<b>13.4 EXACTITUD</b> .....	59
<b>13.5 PRECISIÓN</b> .....	60
<b>14 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b> .....	60
<b>15. BIBLIOGRAFIA</b> .....	62



## 1. INTRODUCCION

El agua es uno de los compuestos más abundantes en la naturaleza ya que cubre aproximadamente tres cuartas partes de la superficie total de la tierra. Sin embargo, a pesar de esta aparente abundancia, existen diferentes factores que limitan la cantidad de agua disponible para el consumo humano,

Se sabe que cerca de 97% del total de agua disponible se encuentra en los océanos y otros cuerpos de agua salina y no se puede utilizar para diversos propósitos. Del restante 3%, casi 2% se encuentra distribuida en los témpanos de hielo, glaciares, en la atmósfera o mezclada con el suelo, por lo que no es accesible. De tal forma que para el desarrollo y sostenimiento de la vida humana con sus diversas actividades industriales y agrícolas, se dispone aproximadamente de 0.62% del agua restante, que se encuentra en lagos de agua fresca, ríos y mantos freáticos.

A medida que ha crecido la población humana también ha ido creciendo la capacidad de desarrollar nuevas tecnologías. Esta modificación del entorno ha traído consigo daños y alteraciones a la naturaleza desde épocas muy antiguas pero se han vuelto más severos y en algunas circunstancias hasta irreversibles a medida que se desarrollan los procesos industriales, que se concentra la población en las ciudades, que la agricultura se tecnifica y se introducen gran cantidad de sustancias químicas en el ambiente como consecuencia del desarrollo urbano, agrícola e industrial<sup>[1]</sup>. Y lamentablemente muchos contaminantes provenientes en gran parte de los subproductos industriales (desechos químicos), de la población, de la agricultura y otros son depositados en corrientes de agua.

Algunos tipos de contaminación fisicoquímicos tales como; Aceites y grasas, Cloruros, Conductividad, DQO (Demanda Química de oxígeno), la DBO (Demanda Bioquímica de Oxígeno-5), Fósforo, yoduros, Nitrógeno amoniacal, Nitrógeno de Nitratos, Nitrógeno de Nitritos, pH, Sólidos (disueltos, suspendidos totales y decantables), Sulfatos, sulfitos, y Turbiedad, son parámetros que necesitan ser analizados y aun algo mejor necesitan ser cuantificados, y ahí es donde la química analítica cuantitativa entra a dar la respuesta a esta necesidad. La química analítica con su arma de análisis cuantitativo

aporta información numérica de la cantidad relativa que hay de uno o varios componentes en los cuerpos de agua u otros tipos de muestras.

Así también todo tipo de método empleado para un determinado análisis cuantitativo de cualquier analito, requiere para su aplicación una etapa previa de validación del método de análisis, Esta etapa de validación de un método es un requisito importante en la práctica del análisis químico.

## 2. JUSTIFICACIÓN

El Laboratorio de Calidad Ambiental (**LCA**) perteneciente al Instituto de Ecología (I.E) el cual depende de la Carrera de Cs. Biológicas de la facultad de Ciencias Puras y Naturales de la Universidad Mayor de San Andres. Es uno de los laboratorios de primera línea que aporta a la población en general con servicios de análisis en las siguientes áreas: Suelos, Aguas, Microbiología y Metales pesados, respondiendo así a las exigencias y necesidades requeridas por la comunidad.

Otra de las políticas del laboratorio de Calidad Ambiental es, la continua capacitación de futuros profesionales afines a la materia de Calidad Ambiental.

Entonces esta demás decir que este pequeño resumen de experiencias plasmadas es un aporte y agradecimiento de mi persona a este laboratorio en donde tuve la oportunidad de coadyuvar con las tareas y actividades del LCA – Modulo de Aguas y a realizar una tarea de validación de un método de análisis de sulfatos en aguas.

Este trabajo es un reconocimiento al conocimiento adquirido en el Laboratorio de Calidad ambiental en el Modulo de Aguas Perteneciente al Instituto de Ecología de la carrera de Ciencias Biológicas de la UMSA ya que este modulo esta dedicado a la cuantificación de parámetros fisicoquímicos aguas

Debido a la gran importancia y necesidad del agua para procesos biológicos en los seres vivos, para la industria en el desarrollo de la humanidad, se requiere saber, conocer la calidad de agua que se va a emplear para un determinado uso, Ya que este liquido está disperso en distintas partes del planeta en donde podría estar contaminada en diferentes niveles.

### 3. MARCO TEORICO

#### 3.1 EL CICLO HIDROLÓGICO

El agua en sus tres estados (sólido, líquido y gaseoso) constantemente está en movimiento en el ambiente. Hay una gran cantidad de componentes en este ciclo.

La precipitación involucra el movimiento del agua desde la atmósfera hasta la superficie de la tierra en forma de nieve, granizo o lluvia. Mientras que la evaporación es el movimiento del agua de la superficie de la tierra de lagos, suelo y océanos hacia la atmósfera. Cuando se lleva a cabo estos fenómenos, el agua no sólo está en movimiento sino que también está cambiando su estado: el agua líquida se transforma en vapor de agua y en esta forma se incorpora a la atmósfera. El agua que termina sobre la superficie de la tierra puede retornar hacia la atmósfera por el proceso llamado de transpiración. Como el agua se filtra a través del suelo, ésta se puede volver útil para las plantas. Aproximadamente 2% del agua absorbida por las raíces de las plantas se utiliza para la fotosíntesis, casi toda el agua viaja por las plantas hasta sus hojas donde es transpirada hacia la atmósfera comenzando nuevamente el ciclo.

El agua que continúa fluyendo o filtrándose por el subsuelo se convierte en agua subterránea que alimenta los lagos, ríos y eventualmente termina en el océano. Las plantas y los animales absorben temporalmente esas moléculas de agua, aunque de manera constante las intercambian con el ambiente<sup>[1]</sup>.

#### 3.2 CONTAMINACIÓN AMBIENTAL

La *contaminación ambiental* se define como la presencia de sustancias, energía u organismos extraños en un ambiente determinado en cantidades, tiempo y condiciones tales que pueden causar desequilibrio ecológico.

##### 3.2.1 Tipos de contaminación

Existen diversas clasificaciones de la contaminación, pero sólo mencionaremos las dos principales:

Por su origen se clasifica en dos tipos:



- **Contaminación natural:** que se debe a fenómenos naturales como la erosión y las erupciones volcánicas y está relacionada con la composición de suelos, aguas y los componentes de algunos alimentos pero que no es tan grave como la antropogénica.
- **Contaminación antropogénica** que es generada por las actividades que realiza el hombre como son las industriales, mineras, agropecuarias, artesanales y domésticas y es más grave por su naturaleza y la gran variedad de contaminantes que genera.

Por el tipo de contaminante que generan se clasifica en:

- **Contaminación biológica:** se presenta cuando un microorganismo (virus, hongo o bacteria) se encuentra en un ambiente que no le corresponde y causa daños a los demás organismos que lo habitan. Con frecuencia es provocada por las deficiencias de los servicios de saneamiento como drenajes y alcantarillado, abastecimiento de agua potable, sistemas de tratamiento de aguas negras o por malos hábitos higiénicos.
- **Contaminación física:** es la provocada por agentes físicos como las radiaciones ionizantes, energía nuclear, ruido, presiones extremas, calor y vibraciones. Se presenta tanto en ambientes cerrados como los laborales, como en abiertos donde provocan daños a la población en general. Una característica de este tipo de contaminación es que en ocasiones sus efectos pueden presentarse a largo plazo; por ejemplo, en el caso del ruido, que después de que una persona está expuesta a este agente de manera permanente y prolongada, presentará problemas en su sistema auditivo como sordera y provocar la muerte de la flora y la fauna, cáncer y mutaciones entre otros.
- **Contaminación química:** es provocada por diferentes sustancias de uso industrial y doméstico que se encuentran dispersas en el ambiente. Se considera como la más grave de las tres, pues dichas sustancias suelen encontrarse en los tres estados de la materia (líquido, sólido y gaseoso) y por lo tanto quedar depositadas en el agua, suelo y aire y por esta razón entrar más fácilmente en

los organismos vivos. También pueden incorporarse de manera fácil a los ciclos bioquímicos, provocando daños severos en el ambiente.

### **3.3 PARÁMETROS FÍSICOS DE LA CALIDAD DEL AGUA**

Son los que definen las características del agua que responden a los sentidos de la vista, del tacto, gusto y olfato como pueden ser los sólidos suspendidos, turbiedad, color, sabor, olor y temperatura.

### **3.4 PARÁMETROS QUÍMICOS DE LA CALIDAD DEL AGUA**

El agua es llamada el solvente universal y los parámetros químicos están relacionados con la capacidad del agua para disolver diversas sustancias entre las que podemos mencionar a los sólidos disueltos totales, alcalinidad, dureza, fluoruros, metales, materias orgánicas y nutrientes.

### **3.5 PARÁMETROS BIOLÓGICOS DE LA CALIDAD DEL AGUA**

El agua es un medio donde literalmente miles de especies biológicas habitan y llevan a cabo su ciclo vital. El rango de los organismos acuáticos en tamaño y complejidad va desde el muy pequeño o unicelular hasta el pez de mayor tamaño y estos miembros de la comunidad biológica son en algún sentido parámetros de la calidad del agua, dado que su presencia o ausencia pueden indicar la situación en que se encuentra un cuerpo de agua. Por ejemplo si en algún río donde la presencia de algún pez como la carpa o la trucha sirven de parámetro sobre el estado de ese cuerpo de agua. Un cuerpo de agua con una gran cantidad de especies en proporción balanceada se puede considerar como un sistema saludable.

### **3.6 REQUERIMIENTOS DE LA CALIDAD DEL AGUA**

Los requerimientos de la calidad del agua varían de acuerdo con el uso que se les vaya a dar, por ejemplo para agricultura, pesca, propagación de vida silvestre, usos recreativos o industriales específicos o generación de energía. Algunas características del agua adecuadas para un fin pueden no serlo para otro. Es importante mencionar que no se deben confundir los requerimientos de la calidad del agua con los estándares

de la calidad del agua. Los primeros están basados en la experiencia de uso y los segundos son cantidades establecidas por instituciones gubernamentales que regulan al respecto.

### 3.7 CONTAMINACIÓN DEL AGUA

La definición de contaminación de agua expresada en la ley de medio ambiente de Bolivia es la siguiente “Alteración de las propiedades fisicoquímicas y/o biológicas del agua por sustancias ajenas, por encima o por debajo de los límites máximos o mínimos permisibles, según corresponda, de modo que produzcan daños a la salud del hombre deteriorando su bienestar o su medio ambiente”<sup>[2]</sup>.

Desde el punto de vista de la sociedad humana, el agua se utiliza en diferentes roles, principalmente:

- Agua para consumo humano directo (vital).
- Agua para usos domésticos (lavado, sanitario, cocina).
- Agua para usos industriales (medio térmico, transporte de materiales, medio de reacción, solvente, lavado).
- Agua para fines de regadío agrícola, en actividad pecuaria, forestal, etc.
- Agua como medio para la producción de especies marinas (peces, algas, moluscos, etc.).
- Agua como recurso para la generación de energía eléctrica.
- Agua como medio recreacional.
- Agua como medio receptor de los residuos de la actividad humana.

Todos estos usos del agua implican requerimientos de calidad y cantidad que deben ser mantenidos para garantizar su consumo sin daños a la salud de las personas y un desarrollo económico sustentable. Más aún, algunos de estos requerimientos implican intervención física directa sobre los cuerpos de agua, pudiendo modificar drásticamente su morfología y su caudal, con serias consecuencias para el equilibrio ecológico en el medio acuático.

La relativa escasez de este fluido vital, y su importancia determinante para el funcionamiento de los ecosistemas terrestres, motivan que el agua sea uno de los

principales objetivos de protección ambiental de la sociedad moderna. En la actualidad, en todos los países las regulaciones de control ambiental establecen límites a las descargas de residuos líquidos que son vertidos en los cuerpos de agua; además, fijan estándares de calidad de agua de acuerdo a su potencial de uso <sup>[3]</sup>.

Los contaminantes en fase líquida incluyen un amplísimo rango de compuestos disueltos y suspendidos, orgánicos e inorgánicos.

A continuación se resumen los efectos en el medio ambiente de los principales contaminantes fisicoquímicos.

- Aceites y grasas
- Cloruros
- Conductividad
- DBO
- DQO
- Fósforo
- Nitrógeno Amoniacal
- Nitrógeno de Nitratos
- Nitrógeno de Nitritos
- pH
- Sólidos
- Sulfatos
- Turbiedad

### 3.7.1 ACEITES Y GRASAS

Por lo general la población tiende a echar o deshacerse de residuos como los aceites y grasas, tirando estos residuos al alcantarillado no teniendo en cuenta el daño que esto causa al medio ambiente. Ya que cuando estos residuos son descargados en aguas residuales y efluentes tratados pueden formar una película superficial que se deposita en las orillas y dificulta la degradación ambiental. Y algo que es peor, esta película superficial hace que el oxígeno no penetre en las aguas (lagunas, lagos, manantiales, etc.) privando a los organismos acuáticos de este vital elemento y provocando su muerte.

Una situación que resulta mucho más peligrosa para el medio ambiente, es la mala disposición de los aceites y grasas usados en motores porque provocan que se contaminen miles de cientos de litros de agua a niveles alarmantes <sup>[4]</sup>

También la presencia de aceites y grasas en cantidades excesivas pueden influenciar en los sistemas de tratamientos de aguas residuales, los mismos pueden influir en los procesos biológicos aeróbicos y anaeróbicos.

### 3.7.2 CLORUROS

El ion cloruro se encuentra con frecuencia en las aguas naturales y residuales, este ion ingresa al agua en forma natural mediante el lavado que las aguas lluvias realizan sobre el suelo, sin embargo como quiera que la superficie de contacto entre el agua y los materiales del suelo es relativamente baja en las aguas superficiales, la concentración de cloruros en estos cuerpos de agua tiende a ser también baja, salvo que hayan sido afectadas por eventos antropicos.

Por otra parte es bien sabido que las excretas humanas y en general las de todos los organismos superiores (la orina principalmente) poseen una concentración de cloruros que es aproximadamente igual a la que cabría esperar a partir del análisis de la dieta ingerida.

Ya que el ion cloruro es una sustancia altamente soluble y estable, y puesto que con muy pocas excepciones todos los seres humanos lo ingieren, con frecuencia se utiliza este ion como indicador de contaminación antropica en los estudios de evaluación ambiental

De acuerdo con la reglamentación vigente, la concentración máxima permisible para aguas de consumo humano es de 250mg/L (clase A), pero puede haber casos en donde la concentración de cloruros en aguas dependa de la zona de fuente hídrica por ejemplo deberíamos de esperar que la concentración de iones cloruros sea elevada en las poblaciones de Uyuni y gran parte de zonas aledañas.

El ion  $\text{Cl}^-$  es uno de los principales aniones inorgánicos presentes tanto en el agua natural como en el residual. En el agua potable el sabor salado producido por el cloruro es variable y depende de la composición química del agua, Algunas aguas conteniendo 250 mg/L de Cloruros pueden tener un gusto salado apreciable si el cation es el sodio,

en cambio el sabor típico puede estar ausente en aguas con hasta 1000mg /L cuando los cationes predominantes son el calcio y magnesio.

Un contenido de cloruro elevado en el agua interfiere en el crecimiento y desarrollo vegetal, y en este sentido su medición es importante cuando el propósito del agua es la evaluación en su aplicabilidad para el riego de cultivos. Así mismo las concentraciones elevadas de cloruros corroen las tuberías de conductos y demás estructuras metálicas, en las aguas que se utilizan para fines industriales el ion cloruro es considerado como un veneno para los aceros.<sup>[5]</sup>

### 3.7.3 CONDUCTIVIDAD

Las mediciones de conductividad son usadas para aplicaciones industriales que incluyen detección de contaminantes en el agua y medidas de concentración.

#### *Aplicaciones no específicas*

- Son aquellas medidas simples de conductividad para detectar la presencia de electrolitos. La mayoría de las aplicaciones de la medida de conductividad caen en este grupo. Incluyen monitorización de un determinado valor de la conductividad en la solución. Este monitoreo de valores de conductividad esta detallada para las distintos clases de agua en el Anexo A

Las mediciones de conductividad no específicas pueden evaluar los siguientes casos:

- Establecer el grado de mineralización de las aguas para su empleo.
- Para establecer el efecto de la concentración total de iones sobre el equilibrio químico.
- Efectos fisiológicos en plantas, y animales
- Velocidades de corrosión.
- Evaluar las variaciones de concentración de minerales disueltos de aguas naturales y aguas residuales.
- Estimar el tamaño de muestra a ser usado para determinaciones químicas comunes.

- Estimar los sólidos totales disueltos en mg/l en una muestra multiplicando la conductividad (en microhoms por centímetro) por un factor empírico. Este factor puede variar desde 0.55 hasta 0.9 dependiendo de los componentes solubles en agua y de la temperatura de medición.

#### *Medidas de concentración*

Aunque la conductividad no es específica a veces se puede aplicar en medidas de concentración si la composición de la solución y su comportamiento en relación a la conductividad es conocida<sup>[6]</sup>.

### **3.7.4 DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO)**

#### **Compuestos Orgánicos Biodegradables**

Los compuestos orgánicos solubles biodegradables permiten mantener la actividad de microorganismos unicelulares heterótrofos (bacterias, hongos), que requieren de fuentes de carbono orgánico y que se alimentan por transporte a través de la membrana celular. Estos organismos acuáticos reciben, además, los compuestos derivados de la actividad biológica terrestre en las zonas aledañas a los cuerpos de agua, que son transportados por la escorrentía superficial o subterránea. Aquí se incluyen los compuestos generados a partir de la descomposición de especies muertas y del material que se descarga desde las riberas (frutos, ramas, excrementos, etc).

Cuando un nutriente entra al agua, los organismos aerobios consumen oxígeno disuelto como resultado de la actividad metabólica inducida. Así, el nutriente ejerce una demanda sobre la disponibilidad del oxígeno disuelto, denominada **Demanda Biológica de Oxígeno**. Si la cantidad de materia orgánica en el medio es muy alta, ello puede conducir a una disminución en la concentración de oxígeno disuelto. A niveles bajos de oxígeno disuelto (2-4 mg/l) los peces tienden a desaparecer y el ambiente acuático favorece a las especies anaeróbicas.<sup>[7]</sup>

### **3.7.5 DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)**

La DQO o demanda química de oxígeno es un parámetro químico que nos da la cantidad de materia orgánica, y otros compuestos que puedan ser oxidado, en un

medio sumamente oxidante, usualmente producido por la oxidación en medio ácido a través del dicromato. Se suele mencionar y aceptar en la literatura internacional que el valor de la DQO es equivalente o semejante a la  $DBO_{20}$  o DBO final.

En el laboratorio puede ser un análisis mucho más sencillo y económico que analizar la  $DBO_5$  y además mucho más rápido, que 5 días, cuando se trata de tener datos inmediatos.

La relación entre la  $DBO_5$  y la DQO nos da un dato muy importante en términos de conocer la biodegradabilidad que presenta un determinado residual, valores de 1 nos indican que toda la materia orgánica presente es fácilmente biodegradable, a medida que la relación aumenta la biodegradabilidad es menor.

La prueba de DQO tiene su aplicación más importante en la evaluación de la eficacia de los procesos de tratamiento de aguas residuales en plantas de tratamiento.<sup>[8]</sup>

### 3.7.6 NITRÓGENO Y FÓSFORO

Las algas y plantas acuáticas utilizan la energía de la luz para sintetizar material orgánico complejo, a partir de  $CO_2$ , agua y otros materiales como nitrógeno (N) y fósforo (P). A su vez, el oxígeno generado por fotosíntesis es utilizado por los organismos heterótrofos y por algunos autótrofos oxidantes.

Generalmente el N y P son los factores limitantes. En el crecimiento microbiano, se consume P en forma de fosfato, mientras la mayoría de las bacterias asimilan N en la forma de  $NH_3$  y sólo unas pocas lo hacen como  $NO_3^-$ . En cambio las algas, asimilan el N como  $NO_3^-$  y muy pocas como  $NH_3$ . Hay más bacterias que pueden usar  $NO_3^-$  como fuente de oxígeno que como fuente de N. De acuerdo a la estequiometría aproximada de la fotosíntesis en las algas, la proporción N : P es del orden de 7. un cuerpo de agua con una relación N / P mucho mayor que 7 indica que el P es el nutriente limitante; por otra parte, un valor de N / P mucho menor que 7 implica una limitación por N.

Las principales fuentes de N orgánico son las proteínas, los aminoácidos y la urea; por su parte, el N inorgánico está en la forma de  $NH_3$ ,  $NO_3^-$ ,  $NO_2^-$ . El amoníaco es un producto característico de la descomposición de la materia orgánica, y se puede oxidar microbiológicamente a nitritos y nitratos, mediante la acción de las bacterias



nitrificantes. Estos procesos ocurren naturalmente en la aguas, y constituyen una importante contribución a la demanda biológica de oxígeno.

En los lagos, los niveles de nitrato y de fosfato son bajos, constituyéndose en los nutrientes limitantes para el crecimiento de las algas fotosintéticas. Las fuentes antrópicas de Fosforo provienen de los vertidos de efluentes domésticos e industriales. En particular, los altos consumos de detergentes fosfatados pueden generar eutrofización en aquellos cuerpos de agua donde el fósforo es el reactivo limitante.

*Nitrógeno.*- en aguas potables y aguas residuales la forma de nitrógeno de más grande interés son, los Nitratos, nitritos, amonio y nitrógeno orgánico. Todas estas formas de nitrógeno, así como el nitrógeno gas ( $N_2$ ) son de mucho interés por muchas razones.

Nitrógeno total oxidado es la suma de de los nitrógenos de los nitratos y nitritos.

- Las cantidades excesivas de nitratos pueden causar la enfermedad de methemoglobinemia en infantes. Un límite de 10mg de nitrato como nitrógeno/L se da como cantidad permisible en las aguas potables para evitar esta enfermedad. Los nitratos forman solo una pequeña cantidad de los componentes totales en las aguas residuales domesticas.
- Los Nitritos son solamente intermediarios en la oxidación de amonio a nitrato y en la reducción del nitrato. . Las oxidaciones y reducciones pueden ocurrir en las plantas de tratamiento de aguas residuales, sistemas de distribución de aguas y aguas naturales. Los nitritos pueden introducirse en los sistemas de suministro de agua como un inhibidor de corrosión en los procesos industriales.
- El amonio está presente naturalmente en la superficie y en las aguas residuales, su concentración es baja sobre aguas de tierra, debido a los adsorbentes de la tierra, este se produce principalmente por desaminación de compuestos conteniendo nitrógeno orgánico y por hidrólisis de la urea. En algunas plantas de tratamientos de aguas el amoniaco de agrega para que reaccione con los cloruros residuales. Las concentraciones de amonio encontradas en aguas varían desde 10ug de amonio en forma de Nitrogeno /L en aguas naturales superficiales y aguas de pozo y más de 30 mg/L en algunas aguas residuales<sup>[9]</sup>

Aunque la formación del nitrógeno puede ocurrir de diversas maneras, ésta se realiza frecuentemente en forma biológica. Como sucede con las bacterias, algas y líquenes que viven en el suelo y que transforman el nitrógeno del aire en amoníaco y otros compuestos similares. Algunas de estas bacterias de fijación del nitrógeno viven en las raíces de algunas plantas como la del frijol, otras bacterias del suelo transforman el amoníaco en nitrito ( $\text{NO}_2^-$ ) y en nitrato ( $\text{NO}_3^-$ ). Las raíces de las plantas utilizan estos compuestos para construir proteínas. Las plantas proveen a las bacterias de carbohidratos como comida y las bacterias transforman el nitrógeno para que las plantas puedan utilizarlo. Cuando los animales se comen las plantas obtienen el nitrógeno que requieren las proteínas de los animales.

*Fósforo.* El fósforo se encuentra en las aguas residuales fundamentalmente como fósforo de varios tipos de fosfatos y como fósforo formando parte de compuestos orgánicos. Estas diferentes variedades de fósforo pueden presentarse en forma soluble ó formando parte de partículas de residuos.

Las fuentes que aportan fósforo a las aguas residuales son varias.

Algunas plantas de potabilización añaden pequeñas cantidades de fosfatos condensados como parte del tratamiento del agua llegando así a las aguas residuales. Las lavanderías añaden gran cantidad de fosfatos a las aguas residuales porque la mayoría de los detergentes contiene cantidades apreciables de fosfatos. Como resultado del uso de detergentes en las labores domésticas éstas también aportan fosfatos a las aguas residuales. El uso de fertilizantes que contengan fosfatos en jardines y terrenos cultivados en las ciudades pueden en ocasiones, ser una fuente para las aguas residuales.

Por constituir un elemento esencial para la vida (nutriente) el vertido de aguas residuales a cuerpos de agua puede estimular el crecimiento y desarrollo de vida vegetal y animal debido a su contenido de fósforo. En este caso el nitrógeno juega también un papel importante.

La concentración de fósforo (fórmula química P), en cualquiera de sus formas, se expresa en mg/L. La fórmula química del fosfato es  $\text{PO}_4^{3-}$ .

### **3.7.7 pH**

La medición del pH es una de los más importantes y frecuentes parámetros utilizados en el análisis químico del agua. Prácticamente todas las fases del tratamiento del agua para suministro y residual. Por ejemplo en la neutralización ácido – base, ablandamiento, precipitación, coagulación desinfección y control de corrosión dependen del pH.<sup>[10]</sup>

Un agua residual ácida (pH menor que 7 unidades) tiende a ser muy corrosiva, o sea tiende a atacar químicamente tanto los sistemas de distribución como los órganos de las plantas de tratamiento y un agua residual básica (pH mayor que 7 unidades) tiende a ser incrustante, o sea a provocar incrustaciones tanto en los sistemas de distribución como en los órganos de las plantas de tratamiento.

Es importante evitar descargar aguas con pH muy diferente de 7. Desgraciadamente, la eutrofización de un cuerpo de agua genera variaciones extremas de pH que tienen un efecto negativo sobre muchas especies acuáticas.

### **3.7.8 SÓLIDOS**

El término sólido se refiere a la materia suspendida o disuelta en agua o aguas residuales. Los sólidos pueden afectar adversamente de muchas maneras la calidad del agua o del efluente.

El análisis de los sólidos es importante en el control de procesos biológicos y físicos de tratamiento de aguas residuales y para verificación del cumplimiento de las normas reguladoras de los límites de calidad de aguas residuales.

#### **3.7.8.1 SÓLIDOS TOTALES**

Es el término aplicado al residuo material dejado en el recipiente contenedor después de la evaporación del agua y su subsecuente secado en una estufa a una temperatura definida. Los sólidos totales incluyen los “sólidos suspendidos totales” y “sólidos disueltos totales”.

### 3.7.8.2 SÓLIDOS SUSPENDIDOS

Los sólidos en el agua interfieren directamente con la transferencia de oxígeno y con la transmisión de la luz. Además, cuando sedimentan afectan la vida en el fondo del cuerpo de agua. Si son orgánicos biodegradables, imponen una fuerte demanda de oxígeno que genera rápidamente un medio anóxico.

Aguas con alto contenido de sólidos suspendidos pueden ser estéticamente insatisfactorias para muchos propósitos como ser balnearios.

### 3.7.8.3 SÓLIDOS DISUELTOS

es aquella parte del residuo seco total que es capaz de pasar el filtro dado el tamaño tan pequeño de las partículas que lo componen, por tanto es un indicador de la cantidad de materia sólida disuelta en la muestra de agua, o sea de la cantidad de material que por estar disuelto en el agua, pasa el filtro.

Aguas con altos contenidos de sólidos disueltos generalmente son de sabor inferior y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable en el consumidor transitorio. Por estas razones es deseable un límite de 500 mg/l de sólidos disueltos para aguas de bebida.

Aguas altamente mineralizadas también son inadecuadas para muchas aplicaciones industriales.

### 3.7.9 SULFATOS

Los sulfatos se encuentran en las aguas naturales en un amplio intervalo de concentraciones. Las aguas de minas y las descargas industriales contienen grandes cantidades de sulfatos provenientes de la oxidación de la pirita y del uso del ácido sulfúrico. Los estándares internacionales para agua potable tienen un límite máximo de 250 mg/l de sulfatos, ya que a valores superiores tiene una acción "purgante". Los límites de concentración, arriba de los cuales se percibe un sabor amargo en el agua son: Para el sulfato de magnesio 400 a 600 mg/l y para el sulfato de calcio son de 250 a 400 mg/l.

La presencia de sulfatos es ventajosa en la industria cervecera, ya que le confiere un sabor deseable al producto. En los sistemas de agua para uso doméstico, los sulfatos

no producen un incremento en la corrosión de los accesorios metálicos, pero cuando las concentraciones son superiores a 200 mg/l, se incrementa la cantidad de plomo disuelto proveniente de las tuberías de plomo. En el concreto influye de manera directa, ya que este es susceptible de sufrir daño por efecto del ataque de los sulfatos, de ahí la necesidad de utilizar cementos especiales resistentes a sulfatos. En los terraplenes, el contenido de sulfatos en el agua resulta importante ya que en contenidos altos reacciona con el material expansivo o colapsable.

El contenido de sulfatos es importante, porque las aguas con altas concentraciones tienden a formar incrustaciones en las calderas y los intercambiadores de calor. En aguas residuales la cantidad de sulfatos es un factor muy importante para la determinación de los problemas que pueden surgir por olor y corrosión de las alcantarillas.

### **3.7.10 TURBIEDAD**

La transparencia del agua es importante en la producción de productos destinados para el consumo humano y en muchas operaciones de manufacturación.

La turbiedad del agua es causada por material suspendido y coloidal tal como, por ejemplo, algas, arcillas, plancton, lodos, microbios o material orgánico finamente dividido que se mantienen en suspensión por naturaleza coloidal o por la turbulencia que genera el movimiento.

Algunas especies de peces requieren agua totalmente transparente para su supervivencia, otras no se afectan apreciablemente por la turbidez del medio. En términos genéricos se acepta que la turbidez afecta adversamente el desarrollo de los peces al interferir con la profundidad de penetración de la luz.

### **3.8 CLASIFICACIÓN DE LOS CUERPOS DE AGUA**

La siguiente clasificación de clases de agua está detallada en el reglamento de ley de medio ambiente Cap. III la cual está en función de la utilidad a la que se le da al agua.

Clase "A" aguas Naturales de máxima calidad que las habilita como agua potable para consumo humano sin tratamiento previo o con simple desinfección bacteriológica en los casos verificados por laboratorio.

Clase “B” Aguas de utilidad General que para consumo humano requieren tratamiento físico y desinfección bacteriológica

Clase “C” Aguas de utilidad general que para ser habilitadas para consumo humano requieren tratamiento fisicoquímico completo y desinfección bacteriológica.

Clase “D” Aguas de calidad mínima que para consumo humano en casos extremos de necesidad pública, requieren un proceso inicial de presedimentación pues pueden tener una elevada turbiedad por elevado contenido de sólidos en suspensión y luego tratamiento fisicoquímico completo y desinfección bacteriológica especial contra huevos y parásitos intestinales.

Las clasificaciones de las clases de aguas están sujetas a límites máximos admisibles de parámetros en cuerpos receptores. Y la cantidad cuantitativa de esta clasificación está dada en el anexo A.

### **3.9 VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICOS**

La definición ISO de validación es “Confirmación mediante examen y suministro de evidencia objetiva de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto”. Ésta se puede interpretar para la validación de un método como el proceso de definir una necesidad analítica y confirmar que el método en cuestión tiene capacidades de desempeño consistentes con las que requiere la aplicación. Está implícita la necesidad de evaluar las capacidades de desempeño del método. El criterio de la “conveniencia” del método es importante.

Existen por lo menos dos definiciones de validación de un método, las cuales se dan según el propósito que se quiere conseguir.

- El proceso de establecer las características de desempeño y limitaciones de un método y la identificación de las influencias que pueden modificar esas características y hasta qué punto. ¿Qué analitos puede determinar el método, en qué matrices, en presencia de qué interferencias? ¿En esas condiciones, qué niveles de precisión y de exactitud pueden alcanzarse? (aplicable cuando un método se desarrolla sin tener en mente ningún problema en particular)

- El proceso de verificación de que un método es adecuado a su propósito, o sea, para resolver un problema analítico particular. (aplicable cuando el método se está desarrollando con un propósito específico)

### **3.9.1 CUÁNDO DEBEN VALIDARSE LOS MÉTODOS.**

Un método debe validarse cuando sea necesario verificar que sus parámetros de desempeño son adecuados para el uso en un problema analítico específico. Por ejemplo:

- Un nuevo método desarrollado para un problema específico.
- Un método ya establecido revisado para incorporar mejoras o extenderlo a un nuevo problema.
- Cuando el control de calidad indica que un método ya establecido está cambiando con el tiempo.
- Un método establecido usado en un laboratorio diferente o con diferentes analistas o con diferente instrumentación.
- Para demostrar la equivalencia entre dos métodos, por ejemplo, entre un método nuevo y uno de referencia.

El alcance de la validación o la revalidación requerida dependerá de la naturaleza de los cambios hechos al aplicar un método a diferentes laboratorios, instrumentación, operadores y circunstancias en las cuales el método va a ser utilizado. Siempre es apropiado algún grado de validación, aun cuando se usan métodos aparentemente bien caracterizados ya sean de referencia o publicados.

### **3.9.2 ELECCIÓN, DESARROLLO Y EVALUACIÓN DE MÉTODOS.**

La elección de un determinado método de análisis, el correspondiente desarrollo del mismo y el proceso de evaluación para ver si el método se adecua o no a las necesidades y disponibilidad del laboratorio.

### **3.9.3 PARÁMETROS TOMADOS EN CUENTA EN UNA VALIDACIÓN**

Los siguientes parámetros se dan de acuerdo a los elementos de las necesidades analíticas y características de desempeño relacionados.

#### **3.9.3.1 CONFIRMACIÓN DE LA IDENTIDAD**

Es necesario establecer que la señal producida en la etapa de medición o alguna otra propiedad medida, la cual se atribuye al analito, se debe únicamente al analito y no a la presencia de algo química o físicamente similar o que surja como una coincidencia. Esta es la confirmación de la identidad. La interferencia de otros compuestos en la medición del analito, dependerá de la efectividad de la etapa de separación y de la selectividad/especificidad de la etapa de medición.

Selectividad y la especificidad.-

#### **3.9.3.2 SELECTIVIDAD**

Cualitativa - la medida hasta la cual otras sustancias interfieren en la determinación de una sustancia de acuerdo a un procedimiento dado.

Cuantitativa - un término usado en conjunción con otros sustantivos (por ejemplo, constante de..., coeficiente de..., índice de..., factor de..., número de...) para la caracterización cuantitativa de interferencias'

#### **3.9.3.3 ESPECIFICIDAD**

La capacidad de un método para medir solamente lo que se pretende que mida.

La especificidad es la capacidad de determinar el analito inequívocamente en presencia de componentes los cuales se espera que estén presentes.

Comúnmente, esto puede incluir impurezas, degradantes, matriz, etc.'

La selectividad y la especificidad son medidas que garantizan la confiabilidad de las mediciones en presencia de interferencias.



### 3.9.3.4 LÍMITE DE DETECCIÓN

La menor concentración del analito en una muestra que puede detectarse, pero no necesariamente cuantificarse bajo las condiciones establecidas de la prueba

Este límite depende de la relación entre la magnitud de la señal analítica y el valor de las fluctuaciones estadísticas de la señal del blanco. Por tanto a no ser que la señal analítica sea mayor que la del blanco en un múltiplo  $k$  de la variación del blanco debida a errores aleatorios, no será posible detectar con certeza esta señal. Así al aproximarse al límite de detección, la señal analítica y su desviación estándar se aproximan a la señal del blanco  $S_{bl}$  y a su desviación estándar  $s_{bl}$ . Por tanto la mínima señal analítica distinguible  $S_m$  se considera que es igual a la suma de la señal media del blanco  $S_{bl}$  más un múltiplo  $k$  de la desviación estándar del mismo. (Skoog- Holler-Nieman Analisis Instrumental 5° ED)

$$S_m = \bar{S}_{bl} + k s_{bl}$$

Donde  $k$  es un factor numérico elegido de acuerdo al nivel de confianza dado (IUPAC Compendium Of Chemical Technology).

### 3.9.3.5 LIMITE DE CUANTIFICACIÓN (LC)

El "límite de cuantificación"(LC) estrictamente es la concentración más baja del analito que puede ser determinada con un nivel aceptable de precisión de repetitividad y veracidad. Normalmente LC forma parte del estudio para determinar el intervalo de trabajo. Éste no deberá determinarse por extrapolación debajo de la concentración más baja del blanco fortificado.

### 3.9.3.6 INTERVALO DE TRABAJO E INTERVALO LINEAL

Para cualquier método cuantitativo es necesario determinar el intervalo de concentraciones del analito o los valores de la propiedad relacionada, sobre los cuales el método puede aplicarse. Note que esto se refiere al intervalo de concentraciones o a

los valores de la propiedad relacionada, de las disoluciones medidas realmente más que de las muestras originales.

En el extremo inferior del intervalo de concentración, los factores limitantes son los valores del límite de detección y/o cuantificación. En el extremo superior del intervalo de concentración, las limitaciones serán impuestas por varios efectos que dependen del sistema de respuesta del instrumento.

### **3.9.3.7 EXACTITUD**

La "exactitud" expresa la cercanía de un resultado al valor verdadero (ISO 3534). La validación de un método busca cuantificar la exactitud probable de los resultados evaluando tanto los errores sistemáticos (sesgo o veracidad) como los errores aleatorios sobre los resultados. Una forma de tener un control de calidad con muestras de control de calidad, las cuales por lo general son suficientemente estables y homogéneas, en un periodo de tiempo dado, para dar el mismo resultado y están disponibles en cantidades suficientes para poder realizar análisis repetidos. Puede ser controlada llevando un seguimiento del valor analizado de la muestra de control de calidad, comúnmente graficándolo en una carta de control. Se establecen límites en la carta (convencionalmente, los límites de advertencia se colocan a  $\pm 2\sigma$  ( $\pm 2s$ ) del valor de la media y los "límites de acción" se colocan a  $\pm 3\sigma$  ( $\pm 3s$ ) del valor de la media. Una vez graficados los valores de control de calidad con los límites asignados según las reglas existentes, podrá observarse si el control de calidad es satisfactorio. En función de que el valor de la muestra de control de calidad sea aceptable, es probable que los resultados obtenidos de las muestras del mismo lote así como de las muestras de control, puedan considerarse como confiables.

### **3.9.3.8 LA PRECISIÓN**

Es una medida de que tan cercanos están los resultados unos con respecto a los otros, La precisión indica la medida del error aleatorio o indeterminado de un análisis. Los parámetros de calidad de la precisión son la desviación estándar, la desviación estándar relativa, el coeficiente de variación y la varianza cual describe la dispersión de los resultados.

### 3.9.3.9 REPETIBILIDAD

Es el grado de repetibilidad de resultados obtenidos en condiciones según las cuales los resultados independientes de una prueba se obtienen con el mismo método, sobre objetos de prueba idénticos, en el mismo laboratorio, por el mismo operador, usando el mismo equipo y dentro de intervalos de tiempo cortos.



## **CAPITULO II**

### **4 OBJETIVOS**

#### **4.1 OBJETIVO GENERAL**

- Colaborar en los ensayos de cuantificación de distintos parámetros fisicoquímicos en el modulo de aguas del LCA.

#### **4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Revisión bibliográfica de las normas con las cuales basa sus ensayos el modulo de aguas LCA
- Obtener un conocimiento práctico de los procedimientos para cada ensayo fisicoquímico en el modulo de aguas del LCA
- Preparación de los materiales y equipos que se emplearan en los distintos ensayos
- Obtener un conocimiento práctico del cuidado y conservación que se debe de tener con las muestras.
- Preparación de los reactivos que se han de emplear en los distintos ensayos.
- Realizar los ensayos de manera individual
- Realizar el reporte de los resultados obtenidos.

## CAPITULO III

### 5 PARTE EXPERIMENTAL

#### 5.1 EQUIPOS MATERIALES Y REACTIVOS

##### 5.1.1 EQUIPOS

Los equipos que son empleados para los distintos análisis en el **Modulo de aguas** como ser:

- Balanzas
- Estufas
- Espectrofotómetro UV-VIS
- Agitadores magnéticos
- pH-metro
- Conductímetros
- Bombas de vacío
- Cromatografo de iones (IC)
- Destilador kherjard

Son de propiedad del LCA. De los cuales todos cumplen con las Normas de Calidad exigidas por la *ISO/IEC FDIS 17025*<sup>[11]</sup> (Los documentos de seguimiento de calidad de los equipos no están disponibles).

##### 5.1.2 MATERIALES VOLUMETRICOS

- Buretas
- Matraces Aforados
- Pipetas Volumétricas
- Micropipetas\*

Todos son de Clase A de los cuales se dispone de la suficiente cantidad cumplir con las necesidades del laboratorio (no se presentan las características de los mismos porque son parámetros de calidad interna controlados por el LCA).

\*En el caso de las micropipetas estas con calibradas por el mismo personal del Laboratorio.

### 5.1.3 OTROS MATERIALES

Otros materiales como ser

- Matraces
- Probetas
- Embudos de Separación
- Vasos de precipitados
- Tips
- Magnetos
- Filtros 0.45µm

Son empleados en el laboratorio bajo conocimiento de su necesidad, utilidad y características.

### 5.1.4 REACTIVOS.

Los reactivos que se emplean en los distintos ensayos de análisis están dispuestos y codificados según los parámetros de seguridad interno del L.C.A.

La calidad y disponibilidad de los mismos es esencial para los análisis y es así que el L.C.A. tiene un sistema de registro acorde a estas exigencias. (El Laboratorio LCA se reserva el derecho de información sobre los reactivos que son empleados en los análisis).

### 5.3 METODOLOGÍA

La metodología seguida para cada distinto ensayo de análisis en el Laboratorio de Calidad Ambiental modulo de aguas (LCA), está basada según la factibilidad del ensayo en Environmental Protection Agency (**EPA**) y Standard Methods (**SM**)

#### 5.3.1 MUESTRAS

Las muestras de aguas que son analizadas en el Laboratorio de Calidad Ambiental (**LCA**), por lo general son recepcionadas en el mismo laboratorio. A dichas muestras se les asigna un código interno de seguridad, el cual es un parámetro de seguridad y de calidad. Y dependiendo del análisis que se vaya a realizar a las muestras son

preservadas y almacenadas (si así se lo dispone) en un cuarto frigorífico según estándares internacionales de almacenamiento y preservación las cuales están recomendados en el Anexo B (**Estándar Methods Sample storage and preservation**)<sup>[12]</sup> También en esta tabla esta detallada las cantidades mínimas de muestra que por lo general son necesarios para cumplir un determinado análisis.

### 5.3.2 LIMPIEZA DE LOS MATERIALES

La limpieza de los materiales es distinta para cada análisis que se va a realizar, es así que el LCA tiene protocolos de lavado de materiales para cada análisis por separado. (Documentos controlados por el LCA).

### 5.3.3 ENSAYOS

A continuación se dará la metodología de algunos métodos empleados en los distintos análisis en el modulo de aguas

#### 5.3.3.1 DETERMINACIÓN DE ACEITES Y GRASAS

##### **Discusión general.**

Los aceites y grasas disueltas o emulsificadas son extraídas del agua por intimo contacto con un solvente extractor. Son extractables especialmente grasas insaturadas y ácidos grasos.

En la determinación de aceites y grasas no es medida una cantidad absoluta de una sustancia específica , por el contrario son determinados cuantitativamente grupos de sustancias con características físicas similares, sobre la base de la solubilidad común en un solvente orgánico extractor “ Aceites y grasas” se define como cualquier material recuperado como una sustancia soluble en un solvente, este incluye cualquier otra sustancia extraída por el solvente de una muestra acidificada (tales como compuestos de azufre , colorantes orgánicos, clorofila) y no volatilizados durante la prueba.

**Materiales Y Reactivos**

Materiales	Reactivos
• Embudo de separación de 2000 ml	• Ácido clorhídrico, HCl, 6 N
• Balón de destilación	• n-hexano
• Embudo de vidrio	• Sulfato de sodio anhidro, Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
• Equipo de destilación sencilla	• Cloruro de sodio, NaCl
• Papel filtro Wattman 40 o similar	
• Baño maría	

**Método.-** El método empleado es el EPA METHOD : 413.1

**Título .-** Aceites y grasas (Método Gravimétrico, Extracción por embudo de separación)

**Nota.-** Una de los cambios que se realizo a este análisis es el empleo del solvente extractor ya que aquí se emplea hexano en vez de 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane

**Muestra** Una muestra representativa de 1 litro de volumen debe de ser colectada en un envase preferentemente de vidrio. Si el análisis debe demorar por unas cuantas horas , la muestra debe de ser preservada por adición de HCl hasta un pH menor a 2 y luego ser refrigerada a una temperatura de 4°C.

**Blanco.-** se debe tomar un volumen de muestra similar al tomado de la muestra y destilar esta masa obtenida se debe de restar al resultado obtenido de la muestra.

**Cálculos**

$$\text{mg/l total de aceites y grasas} = \frac{R - B}{V}$$

R = Residuo, peso de extracto en miligramos

B = Determinación del residuo en el solvente (Blanco) en miligramos

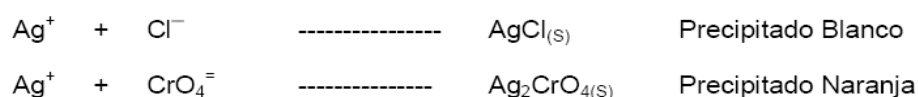
V = Volumen de muestra en litros.



### 5.3.3.2 CLORUROS

#### Discusión general.

El método se basa en la titulación de un volumen de muestra con una solución patrón de nitrato de plata, utilizando cromato de potasio como indicador del punto final de la reacción.



Ya que el cromato de plata tiene un  $K_{ps}=10^{-11.89}$ , es mucho más soluble que el cloruro de plata  $K_{ps}=10^{-9.75}$ , mientras exista iones cloruro en el medio no se formará cromato de plata y la solución se mantendrá de un color amarillo, sin embargo una vez que se agote los iones cloruro, la siguiente gota de agente titulante producirá un precipitado de cromato de plata que tiñe de color ladrillo la mezcla. Así el punto final de la titulación se alcanza justo cuando la mezcla adquiere el primer tinte marrón.

#### Materiales y Reactivos

Materiales	Reactivos
• Matracas erlenmeyer 250 ml	• cromato de potasio
• Bureta de 50ml	• Solución estándar de Nitrato de plata
• Soporte universal	• Solución estándar de cloruro de sodio
• Probetas	• hidróxido de aluminio
	• Peroxido de hidrogeno

**Método.-** El método empleado es el 4500-Cl<sup>-</sup> B Standard Methods

**Título.-** Método Argentométrico

**Nota.-** se debe de tener total cuidado ya que la muestra antes de ser titulada debe de estar entre pH 7 – 10

#### Muestra

Recolectar las muestras representativas en frascos de vidrio o plásticos químicamente resistentes no precisa conservantes por si se lo desea almacenar.

**Interferencias**

Los iones sulfuro, tiosulfato y sulfito interfieren se los elimina con peróxido de hidrogeno El hierro por encima de 10 mg/L interfiere enmascarando el punto final.

**Blanco**

Se toma una alícuota del agua de dilución (mili-q) y realizar el mismo procedimiento que a la muestra

**Cálculos**

$$\text{mg Cl}^{-}/\text{L} = \frac{(A - B) \times N \times 35\,450}{\text{mL sample}}$$

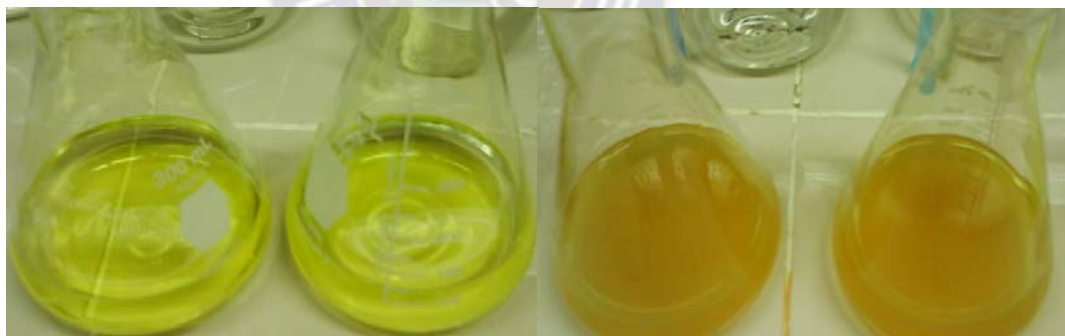
Donde:

A= ml de la solución titulante gastados en la titulación de la muestra

B= ml de la solución titulante gastados en la titulación del blanco

N= Normalidad de la solución titulante de  $\text{AgNO}_3$

**Figura 1.-** Esta imagen muestra el cambio de color amarillo a uno color naranja –rojizo el cual indica el punto final de la determinación de aniones cloruros.



### 5.3.3.3 CONDUCTIVIDAD

#### Discusión general.-

La conductancia  $G$  es definida como la inversa de la resistencia  $R$ , donde la unidad de  $R$  es el  $\text{Ohm}^{-1}$ , La conductancia de una solución es medida entre dos electrodos espacialmente fijos e inertes. Para evitar la polarización de la superficie de los electrodos la medición de la conductancia es efectuada con una señal de corriente alternada. LA conductancia de una solución  $G$  es directamente proporcional al área superficial del electrodo  $A$  en  $\text{cm}^2$  e inversamente proporcional a la distancia entre los electrodos  $L$  en  $\text{cm}$ , la constante de proporcionalidad  $k$  tal que:

$$G = \frac{k \times A}{L}$$

Esta es una propiedad característica de la solución entre los electrodos. Las unidades de  $k$  son  $1/\text{ohm} \cdot \text{cm}$ , la conductividad es usualmente informada en micromhos por centímetro ( $\mu\text{ohm}/\text{cm}$ )

En la siguiente tabla se detalla las conductividades de distintas soluciones de cloruro de potasio las cuales son utilizadas para la calibración del equipo conductímetro.

KCl Concentration <i>M or equivalent/L</i>	Equivalent Conductivity, $\Lambda$ <i>mho-cm<sup>2</sup>/equivalent</i>	Conductivity, $k_s$ <i><math>\mu\text{mho}/\text{cm}</math></i>
0	149.9	
0.0001	148.9	14.9
0.0005	147.7	73.9
0.001	146.9	146.9
0.005	143.6	717.5
0.01	141.2	1412
0.02	138.2	2765
0.05	133.3	6667
0.1	128.9	12890
0.2	124.0	24800
0.5	117.3	58670
1	111.9	111900

En esta tabla se puede ver la conductividad del KCl a diferentes concentraciones<sup>[14]</sup> el KCl es empleado para la calibración y monitoreo de los Conductímetros

**Equipos y reactivos**

<b>Materiales Y Equipos</b>	<b>Reactivos</b>
Conductímetro	Solución de Cloruro de potasio KCl, 1.00 M
Vasos de precipitado de 100 ml	Solución de Cloruro de potasio KCl, 0.01 M
Piseta	

**Método.-** El método utilizado es **EPA 120.1 Conductancia específica**

**Título.-** Conductancia

**Procedimiento**

- Enjuagar un vaso de precipitado con la muestra de agua. Desechar el contenido y añadir 50 ml de muestra de agua no filtrada.
- Colocar el electrodo y el termo sensor en la muestra.
- Leer la conductividad cuando se estabilice.
- Luego de la medición, lavar el electrodo con abundante agua destilada y sumergirlo por 2 horas en agua destilada. En caso de que este muy sucio el electrodo, sumergirlo en una solución de HCl al 1% por 1 hora si es el WTW LF91, luego enjuagarlo con abundante agua destilada (Es posible realizar esta limpieza debido a que los electrodos no son de platino). En el caso del WTW LF521 solo se procederá a su lavado con un poco de detergente y luego enjuague con abundante agua destilada

**Cálculos**

Los valores de la conductividad en las muestras se leen directamente en la escala digital del equipo. Se reportan los datos con dos cifras significativas y la temperatura a la que fue medida la conductividad.

Los reportes de conductancia son en =  $\mu\text{S/cm}$

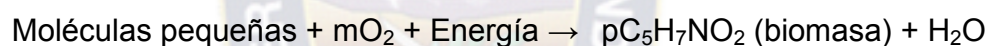
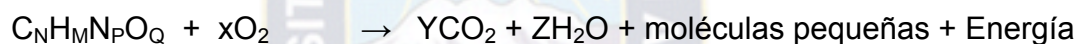
microSiemens/cm =  $\mu\text{S/cm}$  =  $\mu\text{mhos/cm}$

### 5.3.3.4 DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO<sub>5</sub>)

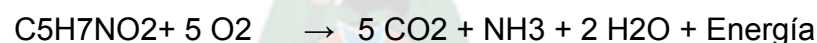
#### Discusión general.-

El análisis de DBO usa microorganismos para oxidar los componentes orgánicos, utilizando oxígeno molecular, bajo condiciones controladas. Se mide el oxígeno consumido durante un período especificado (5 días, 7 días o 30 días). La muestra se pone en contacto con una solución saturada de oxígeno, y se incuba en un recipiente cerrado, en la oscuridad a 20°C. Generalmente, se utiliza un inóculo de microorganismos. Paralelamente, se hace un control como referencia, con agua pura y el inóculo.<sup>[13]</sup>

El consumo de oxígeno puede ser descrito en forma simplificada por dos reacciones: degradación (catabolismo) y síntesis (anabolismo), respectivamente:



Cuando el período de incubación está a punto de terminar, debido a la baja concentración de material biodegradable presente, los organismos comienzan a oxidar su propio material celular, para obtener la energía necesaria para mantener su viabilidad. Esto es conocido como metabolismo endógeno:



La demanda última de oxígeno se mide como el consumo total después de 28 días de incubación. En el caso de aguas con alto contenido de N, se experimenta una alta demanda de oxígeno entre los días 5 y 12, debido a la acción de bacterias nitrificantes:



Para evitar la acción de estas bacterias durante la medición de DBO, éstas se inhiben con alitiourea (ATU).

**Cinética de la DBO**

A pesar de la complejidad de las reacciones involucradas, la cinética de consumo de oxígeno se puede aproximar a una reacción de primer orden

$$\frac{d[O_2]}{dt} = -k[O_2]$$

Donde  $[O_2]$  es la concentración de oxígeno disuelto y  $k$  es la constante cinética. Integrando, se obtiene el consumo de oxígeno es decir la demanda biológica de oxígeno.

$$DBO_t = [O_2]_0 (1 - e^{-kt})$$

Los valores de  $k$  a diferentes temperaturas  $k(T)$  pueden ser calculados a partir del valor a  $20^\circ C$  ( $k$ )

$$k(T) = k_{20} \theta^{(T-20)}$$

Donde  $\theta$  es aproximadamente 1.047, para  $T > 20^\circ C$  y 10135 para  $T < 20^\circ C$

**Equipos y reactivos**

MATERIALES Y/O REACTIVOS	REACTIVOS
• Frascos de incubación	• Sol. tampón de fosfato SM 5210-B.3a
• Incubadora para DBO	• Sol. de sulfato de Magnesio SM SM 5210-B.3b
• Oxímetro	• Sol. de cloruro de calcio SM 5210-B.3c
• pHmetro	• Sol. de cloruro ferrico SM 5210-B.3d
• Bomba de vacío	• Sol. ácidas y alcalinas SM 5210-B.3e
• Agitador magnético	• Sol. de sulfito de sodio SM 5210-B.3f
• Magnetos	• Inhibidor de nitrificación SM 5210-B.3g
	• Sol. de glucosa y ácido glutámico SM 5210-B.3h
	• Sol. de cloruro de amonio SM 5210-B.3i

**Método.-** El método empleado es el Test Standard Methods 5210 B 5- Day BOD

**Título.-** Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días, 20°C)

**Nota.-** se debe de tener total cuidado ya que la muestra antes de ser titulada debe de estar entre pH 6.5 – 7.5

### **MUSTREO Y ALMACENAMIENTO**

Las muestras para la determinación de DBO pueden degradarse significativamente durante el almacenamiento entre la extracción y el análisis y como consecuencia de ello dar resultados bajos de DBO, Así que es preferente el análisis inmediato de la muestra o en el peor de los casos se la podría enfriar a una temperatura menor o igual a 4°C durante el almacenamiento.

### **Interferencias**

- La incubación ha de llevarse a cabo a temperatura constante de  $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$  y en la oscuridad, ya que las muestras pueden contener algas, las que si se incuban a la luz, pueden liberar oxígeno por fotosíntesis e interferir así con la determinación de la DBO. Las muestras a temperatura ambiente durante varias horas pueden sufrir cambios marcados en la DBO, aumentando o disminuyendo según el carácter de la muestra.
- No se debe usar agua de dilución que ha sido destilada en aparatos de cobre, pues este inhibe la oxidación bioquímica. La concentración máxima de cobre aceptable es 0.01 mg/L.
- La presencia de burbujas durante el período de incubación altera la determinación de la DBO.
- La calidad de agua de dilución satisfactoria es aquella que al incubarla con o sin inóculo no absorba más de 0,2 mg/L de oxígeno y en ningún caso debe absorber más de 0.5 mg/L. Un consumo alto de oxígeno se asocia a menudo con la presencia de vapores orgánicos solubles en aguas que se encuentran presentes en la atmósfera del laboratorio. El aire que se emplea en la aireación debe ser tan limpio como sea posible.

**PROCEDIMIENTO**

El procedimiento analítico de este método de  $\text{DBO}_5$  es el detallado en el Standard Methods SM 5210-B. Los pasos más importantes son los siguientes

- Preparación del agua de dilución SM 5210-B.4a
- Almacenamiento del agua de dilución SM 5210-B.4b
- Verificación con glucosa y ácido glutámico SM 5210-B.4c
- Siembra SM 5210-B.4d
- Técnica de dilución SM 5210-B.4f
- Determinación del OD inicial SM 5210-B.4g
- Blanco de agua de dilución SM 5210-B.4h
- Incubación SM 5210-B.4i
- Determinación del OD final SM 5210-B.4j

**CALCULOS**

Si la muestra no se inocula, la demanda bioquímica de oxígeno se determina de la siguiente forma:

$$\text{BOD}_5, \text{ mg/L} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

Si la muestra fue inoculada, la demanda bioquímica de oxígeno se determina de la siguiente forma:

$$\text{BOD}_5 \left( \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2)f}{p}$$

$D_1$  = Contenido de OD de la muestra diluida inmediatamente después de la preparación expresado en mg/L

$D_2$  = Contenido de OD de la muestra diluida después de 5 días de incubación a  $20^\circ \text{C}$  expresado en mg/L

$P$  = fracción decimal volumétrica de la muestra utilizada

$B_1$  = contenido de OD del control de inóculo antes de la incubación expresado en mg/L

$B_2$  = contenido de OD del control de inóculo después de la incubación expresado en mg/L

$f$  = Proporción del inóculo de la muestra diluida con respecto a la del control del inóculo



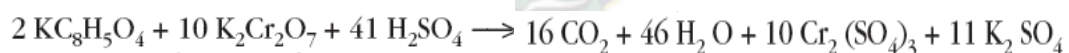
### 5.3.3.5 DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)

#### Discusión general.-

Se refiere al potencial de oxígeno requerido para oxidar químicamente el material orgánico, bajo condiciones controladas. Usa como agente oxidante el dicromato de potasio, en presencia de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y un catalizador de Ag a 150°C. El dicromato remanente se determina a partir de titulación con FeSO<sub>4</sub> usando Ferroína como indicador (1 mol de dicromato corresponde a 1,5 moles de oxígeno). Tiene la ventaja de que el análisis demora dos horas, por lo que puede ser utilizado en control de procesos. Generalmente, entrega valores mayores que la DBO.

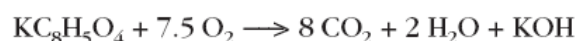
La cantidad de oxígeno consumido se expresa en términos de oxígeno equivalente, debido a que es único en sus propiedades químicas, El ion dicromato es un oxidante especificado en la medida de la DQO, este es reducido a ion cromo (Cr<sup>+3</sup>) en esta prueba.

A continuación se muestra un ejemplo de la reacción usando un estándar primario ftalato ácido de potasio (KHP)



Tanto los componentes orgánicos e inorgánicos de una muestra están sujetas a la oxidación, pero en la mayoría de los casos predominan los componentes orgánicos y son de mayor interés.

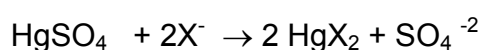
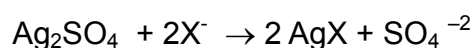
La demanda teórica de oxígeno empleando Ftalato ácido de potasio está basada en la cantidad de oxígeno requerido para oxidar este El oxígeno teórico demandado por el KHP está dado por la siguiente ecuación estequiometría.



El Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> cataliza la oxidación de los compuestos orgánicos volátiles. Como éste

reacciona también con los haluros presentes para producir precipitados que son oxidados en forma parcial, se agrega  $\text{HgSO}_4$  para solventar este problema. Por su parte la piridina y compuestos similares resisten la prueba.

El procedimiento dado a continuación aplica a muestras con valores de DQO > 50 mg/L.



### Equipos y Reactivos

MATERIALES Y/O EQUIPOS	REACTIVOS
<ul style="list-style-type: none"> <li>Tubos de digestión</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Sol de digestión estándar de dicromato de potasio SM 5220-C.3a</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Digestor (ver figura)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Acido sulfúrico con plata SM 5220-C.3b</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Micropipetas de 5 uL</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Sol Indicadora de ferroina SM 5220-C.3c</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>Sol. Estándar de <math>\text{Fe}^{+2}</math> SM 5220-C.3d</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>Sol estándar de biftalkato de potasio KHP SM 5220-C.3f</li> </ul>

**Método.-** El método empleado es el Test Standard Methods 5220 C

**Título.-** Método titulométrico a reflujo cerrado

### **Muestreo Y Almacenamiento**

De preferencia la recolección de la muestra debe de ser en un envase de vidrio analizar las muestras inestables sin demora, si la demora antes del análisis es inevitable preservar la muestra por acidificación a un pH < 2 usando  $\text{H}_2\text{SO}_4$

**Procedimiento**

Colocar el volumen de muestra en un tubo (2.5 ml) y agregar el volumen de solución de digestión (1.5 ml), con mucho cuidado agregar el volumen de reactivo de ácido sulfúrico (3.5 ml) de manera que se forme una capa de ácido por debajo de la capa de solución de digestión de la muestra cerrar bien el tubo, mezclar hasta homogeneización completa

Colocar los tubos en el digestor precalentado a 150°C y efectuar el reflujo durante 2 Horas, luego enfriar hasta temperatura ambiente,

Trasvasar el contenido a matraces erlenmeyer para la titulación, agregar de 1 a 2 gotas de ferroína y agitar mientras se titula con la solución estándar de ferrosa

El punto final de la titulación es un cambio nítido de color azul verdoso a rojizo marrón.

**Interferencias**

- La interferencia más común es el ión cloruro (más de 2000 mg/L) el cual reacciona con la plata precipitando como cloruro de plata y entonces inhibe la actividad catalítica de la plata. Esta interferencia puede ser removida por precipitación con iones plata y filtración antes de la digestión (este tratamiento introduce un error sustancial debido a la oclusión del filtro y pérdida de materia con DQO en muestras heterogéneas).

**Cálculos**

$$\text{COD as mg O}_2\text{/L} = \frac{(A - B) \times M \times 8000}{\text{mL sample}}$$

Donde

A = ml de solución Ferrosa usados en el blanco

B = ml de solución Ferrosa usados en el muestra

M= molaridad de la solución Ferrosa

V= volumen de la muestra empleada

8000= miliequivalentes en peso de oxígeno x 1000 mL/L

**Figura 2.** En esta imagen se puede ver el digestor de DQO, el cual lleva a la muestra a una temperatura de 150°C. al lado se encuentra los tubos de digestión con las muestras ya digeridas



### 5.3.3.6 TURBIDEZ

#### Discusión general.-

En el control de calidad, el valor de medición “turbidez” es un parámetro determinante en muchas aplicaciones.

Al aumentar el número de las partículas aumenta el grado de turbidez también a simple vista. La forma, las dimensiones y la composición de las partículas influyen en el grado de turbidez. El método turbidimétrico ha demostrado ser la técnica predominante y es reconocida actualmente como la técnica más avanzada en todo el mundo. Los aparatos de medición que aplican este método se denominan **nefelómetros**.

**Equipos y reactivos**

Materiales Y Equipos	Reactivos
• Nefelometro	• Estándar primario de formacina
• Celdas de muestra	
• Piseta (agua desionizada)	

**Método.-** El método empleado es del **EPA METHOD : 180.1**

**Título.-** Turbidity (Nephelometric)

**Almacenamiento de la muestra**

La preservación de la muestra no es practica en el peor de los casos refrigerar a 4°C para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos.

**PROCEDIMIENTO**

Medir la turbiedad rápidamente para prevenir cambios de temperatura, floculación, y sedimentación de partículas que cambian las características de la muestra. Remover el aire u otro gas ingresantes en la muestra antes de la medición, preferentemente desgasificar la muestra aunque no haya burbujas visibles.

**Interferencias**

La turbiedad puede ser determinada para cualquier muestra de agua que este libre de sedimentos gruesos rápidamente sedimentables, El material de vidrio sucio y la presencia de burbujas de aire dan resultados falsos.

**Figura 3** En la siguiente figura se ve el equipo empleado para medir la Turbidez



### 5.3.3.7 NITRÓGENO - AMONIO

#### Discusión general

El método de titulación es utilizado solo en muestras que han sido sometidas a un proceso preliminar de destilado. La siguiente tabla es útil para seleccionar el volumen de muestra para la destilación en el método de titulación

Ammonia Nitrogen in Sample mg/L	Sample Volume mL
5-10	250
10-20	100
20-50	50.0
50-100	25.0

#### Materiales Equipos Y Reactivos

Materiales Y Equipos	Reactivos
• Pipetas volumétricas de 50 y 100 ml	• Acido sulfúrico, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 0.01 N
• Matracas erlenmeyer de 250 ml	• Soluciones buffer 4.0, 6.9 y 9.
• Buretas automáticas de 25 ml	• Oxido de magnesio
• Vapodestilador UDK 126 A	• Fenolftaleína
• Tubos de destilación	• Tiosulfato de sodio
• pH metro	• Verde de bromocresol
	• Naranja de metilo
	• Acido bórico

**Método.-** El método utilizado es **EPA 350.2 Titulométrico**

**Título.-** Nitrógeno amoniacal

#### Muestreo Y Almacenamiento

Los resultados más confiables se tienen con muestras de aguas recientes, si las muestras serán analizadas dentro de las 24 horas posteriores a su extracción refrigerar sin acidificar a 4°C . Para preservación de las muestras hasta 28 días congelar las muestras no acidificadas.

**Procedimiento**

Medir 50 ml de muestra sin filtrar en un tubo de destilación. Antes de la destilación, a la muestra añadir 3 gotas de fenolftaleína y alcalinizar con 2 gramos de óxido de magnesio. Una solución saturada de óxido de magnesio da un pH de 10.3. se debe utilizar el pH – metro para estas determinaciones.

Para la destilación, poner al matraz 5 ml de una solución de ácido bórico al 2% que contiene además rojo de metilo y verde de bromocresol, el matraz se pone en la plataforma del vapor de destilación. Se procede a la destilación y se recolectan aproximadamente 100 ml de destilado.

Titular el destilado con el ácido sulfúrico 0.01 N, existe un cambio de color de verde claro a rosado.

**Interferencias**

El cloro residual reacciona con el amonio, removerlo mediante pretratamiento de la muestra, si es probable que una muestra contenga cloro residual la adición de Tiosulfato de sodio 2 mg son suficientes.

**CALCULOS**

$$\text{mg/L NH}_3 - \text{N} = \frac{A \times 0.28 \times 1,000}{S}$$

Donde

A= ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.02 N utilizado

S= ml de la muestra empleado

**Figura 4** En esta figura se observa el viraje de color verde a rosado, lo que indica el punto final de la titulación para la determinación del N-NH<sub>3</sub>



### 5.3.3.8 NITRÓGENO – NITRATO

#### Discusión general

Este método es solo para muestras que tienen bajo contenido de materia orgánica. Se realiza mediante lecturas espectrofotométrica a 220 nm en el rango de UV. En el caso de presentarse materia orgánica, debe realizarse una medición de la misma muestra a 275 nm y que luego se restara el valor de la absorbencia

#### Materiales Equipos Y Reactivos

Materiales y Equipos	Reactivos
Espectrofotómetro	Agua destilada libre de nitratos y nitritos
Matraces aforados de 10ml	Solución stock de Nitratos
micropipetas	Acido clorhidrico

**Método.-** El método empleado es el SM 4500 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> B Espectrofotométrico

**Título.-** método espectrométrico

#### Procedimiento

Tratamiento de la muestra, a 10 ml de muestra filtrada es necesario agregar 0.1 ml de solución 0.1 N de HCl y mezclar completamente.

Preparación de la curva estándar. Preparar estándares de calibración de NO<sub>3</sub><sup>-</sup> en el rango de 0 – 7 mg de N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> por dilución hasta 50 ml de los siguientes volúmenes de solución intermedia de nitratos 0.00 ; 0.01 ; 0.02 ; 0.03 ; .....0.07

La medición espectrofotométrica. leer la abservancia frente a un blanco de agua destilada , usar la longitud de onda de 220 nm. para obtener la lectura de nitratos y una longitud de onda de 275 nm. para determinar la interferencia debida a la materia orgánica disuelta.



**Interferencias**

Varios iones inorgánicos normalmente no se encuentran en aguas naturales, iones como el clorito y clorato pueden interferir.

Las sustancias inorgánicas pueden ser compensadas por medio del análisis independiente de sus concentraciones y preparación de curvas individuales de corrección

**5.3.3.9 NITRÓGENO – NITRITOS****Discusión general**

El  $\text{NO}_2^-$  es uno de los componentes en el ciclo del nitrógeno. La oxidación del  $\text{NO}_2^-$  hacia  $\text{NO}_3^-$  o su reducción hacia  $\text{NH}_4^+$  puede ocurrir en plantas de tratamiento para aguas residuales, sistemas de cañerías y aguas naturales.

En este método el nitrito es determinado debido a la formación de un compuesto de coloración rosada, que se obtiene a un pH entre 2.0 y 2.5, La absorbancia del compuesto coloreado es medido a 540 nm para su cuantificación.

**Materiales Equipos y Reactivos**

Materiales y Equipos		Reactivos
•	Espectrofotómetro	Agua destilada libre de nitritos
•	Matraces aforados de 10ml	(Buffer) Agente coloreador EPA 354.1B (6.2 reagents)
•	micro pipetas	Solución stock de nitritos

**Método.-** El método empleado es el EPA METHOD #: 354.1B

**Título.-** Nitrógeno de, Nitritos (Spectrophotometric)

**Muestreo Y Almacenamiento**

Las muestras deben de ser analizadas lo más pronto posible, ellas pueden ser almacenadas por hasta 48 hrs a lo mucho a 4°C

**Procedimiento**

- Ajustar el pH de la muestra a 6 con HCl 1:3
- Si es necesario filtrar la muestra, hacerlo con filtros de 0.45um de porosidad
- Colocar 10 ml de la muestra o una alícuota diluida a 10 ml en un matras aforado de 10 ml.
- Al mismo tiempo preparar la serie de estándares para la recta de calibración EPA 354.1B (7.4)
- Añadir 0.2 ml del agente coloreador a cada estándar y las muestras, dejar desarrollar el color y leer a los 15 minutos.
- Leer el color en el espectrofotómetro a 540 nm contra el blanco

**Interferencias**

Hay muy pocas interferencias conocidas a concentraciones , sin embargo la presencia de oxidantes fuertes o reductores fuertes en las muestras afectan las concentraciones de nitritos rápidamente

**Figura 5** En esta figura se puede ver el desarrollo del color en el análisis de nitritos por el método espectrofotométrico. De un color totalmente transparente antes de colocar el reactivo coloreador hasta un color rosado intenso después de haber sido añadido el reactivo coloreado.



### 5.3.3.10 pH

#### Discusión general

Las reacciones mas importantes son probablemente las que tienen lugar en disolución acuosa. Las reacciones Químicas, biológicas, y gran número de las efectuadas en laboratorio, se realizan en el seno del agua.

Una sustancia en dilución acuosa se disocia en fragmentos menores (iones) y se establece un equilibrio entre la especie no disociada y sus partes componentes. Una vez establecido el equilibrio, la unión de ambos iones para reconstruir el compuesto se produce con la velocidad precisa para compensar la disociación.

La expresión de la constante de equilibrio,  $K_{eq}$ , para la disociación del agua es:

$$K_{eq} = \frac{[H^+][OH^-]}{[H_2O]}$$

Donde los corchetes representan las concentraciones en moles por litro.

En disoluciones razonablemente diluidas, el valor de  $[H_2O]$ , es prácticamente constante. La cantidad de agua que se consume o se forma durante una reacción química es pequeña, en comparación con la cantidad total de agua presente.

Por ello la anterior ecuación se puede escribirse como:

$$K_a = [H^+][OH^-]$$

Esta constante de equilibrio,  $K_a$ , se llama *producto iónico* del agua y varía con la temperatura. Su valor es  $1,0 \cdot 10^{-14}$ , a 25 °C. En el agua pura las concentraciones de  $H^+$  y  $OH^-$  valen cada una  $1,0 \cdot 10^{-7}$ .

#### Equipos y Reactivos

Materiales y Equipos	Reactivos
pH-metro WTW 196 ó,	Soluciones buffer 4.0, 6.9 y 9.3 WTW TB 479
Vasos de precipitado de 100 ml	Solución de Cloruro de potasio KCl, 3N
Cronómetro	

**Método.- El método utilizado es** EPA 150.1 Electrométrico

**Título.-** pH (Electrometrico)

### **Procedimiento**

Calibración del instrumento Cada equipo viene ya con sus propias instrucciones de calibración tanto para el medidor de pH como para la preparación y almacenamiento de los electrodos para su uso.

Uno de los métodos de calibración se encuentra en EPA 150.1-7.0

### **Interferencias**

El electrodo de vidrio eta relativamente libre de interferencias debidas al color, al color , la turbiedad materia coloidal, oxidantes , reductores o elevada salinidad, excepto para un error de sodio a  $\text{pH} > 10$  se degbe de reducir este error utilizando electrodos especiales con “bajo error de sodio”

### **Figura 6**



### 5.3.3.11 SÓLIDOS - TOTALES

#### Discusión general.-

Una muestra bien mezclada se evapora en una capsula tarada hasta peso constante en una estufa a 103 -105°C durante 2 horas, el aumento del peso con respecto a la tara de la capsula representa los sólidos totales

#### Materiales y Equipos

<b>Materiales y Equipos</b>	
•	Capsulas de evaporación
•	Horno tipo mufla
•	Baño maria
•	Desecador
•	Estufa de secado
•	Balanza analitica
•	Pipetas de boca ancha
•	Probetas graduadas

**Método.-** El método empleado es el Standard Methods 2540 B

**Título.-** sólidos totales secados a 103-105°C

#### Muestreo Y Almacenamiento

Usar botellas de vidrio resistentes o plástico procurando que el material no se adhiera a las paredes del envase. Comenzar el análisis tan pronto como sea posible debido a que no es practicable la preservación de la muestra. En el peor de los casos refrigerar la muestra a 4°C para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos.

Permitir que las muestras alcancen temperatura ambiente antes del análisis.

### Interferencias

Muestras altamente mineralizadas con concentraciones significativas de calcio, magnesio, cloruros, y/o sulfatos pueden ser higroscópicas y requerir secado prolongado, desecación apropiada y pesada rápida.

### Cálculos

$$\text{solidos totales } \left( \frac{mg}{L} \right) = \frac{(A - B) \times 1000}{V_m}$$

Donde

A= peso expresado en miligramos de la capsula mas peso del residuo seco

B= Tara expresada en miligramos de la capsula

V<sub>m</sub>= volumen de la muestra expresado en ml

## CAPITULO IV

### 6 RESULTADOS

Los resultados que se obtienen de y para los distintos análisis como ser:

- Curvas de calibración (linealidad, limite de detección, limite de linealidad y otros)
- Material de referencia interna
- Material de referencia externa
- Resultados de las muestras
- Bitácoras de validaciones de métodos etc.

Son datos y reportes que son de completa reserva del LCA y este se reserva el derecho a que los datos sean mencionados.

En el caso los resultados que se les entrega a los clientes que han solicitado los servicios de análisis, estos confían en la confidencialidad de los resultados encontrados.

### 7. CONCLUSIONES

- Para entrar al ritmo que el LCA exige en el día a día se tuvo que hacer una revisión bibliográfica sobre métodos de análisis que el LCA emplea como el **Standard Methods y el Environmental Protection Agency EPA**. Esto reforzó el conocimiento que se había adquirido en la carrera de Cs. Químicas.
- De entre la revisión bibliográfica también se pudo obtener un conocimiento de las normas ISO de las cuales la de mayor importancia para los laboratorios de calibración y ensayo es la **ISO/IEC FDIS 17025**
- La exigencia que pide el LCA para sus practicantes es de conocer teóricamente los procesos a seguir en cada ensayo, para que en el menor tiempo posible el practicante adquiera destreza y así sea de mayor ayuda (siempre se trabajo bajo supervisión del analista de laboratorio).

- La preparación de los materiales y equipos para los ensayos fue lo primero que se tuvo que realizar. En el caso de los materiales de vidrio hay varios procesos de lavado según el ensayo que se vaya a realizar. El más común por ejemplo (nitratos, nitritos) es emplear un detergente libre de fosfatos, luego un baño de ácido Clorhídrico a una determinada concentración por último un enjuague con agua desionizada.

Existen otros lavados con ácido sulfúrico, solución sulfocromica, agua regia, mezcla sulfonitrica, hidróxido de sodio en metanol etc.

- En cuanto al cuidado y preservación de las muestras a ser analizadas es de vital importancia, En el anexo B se dio una tabla para la preservación de las muestras para distintos tipos de ensayo. Los cuales son aplicados de manera rigurosa.
- Los reactivos empleados en los distintos ensayos se deben de realizar de la manera más cuidadosa posible, ya que en gran medida de la calidad de estos depende el resultado. Naturalmente cada solución a ser empleada para fines cuantitativos sigue una línea de trazabilidad.
- Se realizó ensayos de manera individual como por ejemplo en los ensayos de cloruros, sulfatos, nitratos, N-Amonio,  $\text{DBO}_5$ , DQO, alcalinidad. Turbidez, N-nitritos, sólidos en sus distintas formas entre los más importantes.

## 8. RECOMENDACIONES

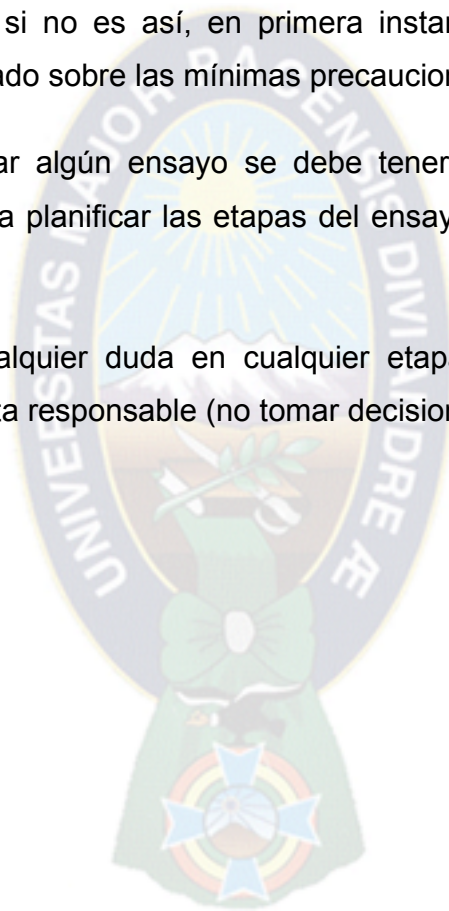
En el LCA – Modulo de aguas se pudo evidenciar muchas cosas que de manera teórica y algunas veces practica se las realiza en la carrera de Cs Químicas.

Es así que de entre las recomendaciones que se puede mencionar son las siguientes:

- Tener en cuenta muy bien los conceptos de los parámetros fisicoquímicos que se realiza en matrices de aguas ya que a veces en el momento de realizar los ensayos, se necesita manejar la lógica química.



- Un conocimiento amplio de los cálculos estequiométricos, cálculo de concentraciones, y otros parámetros de mediciones son de gran utilidad en la rutina.
- El conocimiento de las medidas de seguridad personal debe de ser aplicado con el más rigurosa responsabilidad. de laboratorio.
- También se debe de tener total conocimiento de los reactivos que se está manipulando, y si no es así, en primera instancia se debe de consultar al superior encargado sobre las mínimas precauciones que se debe de tomar.
- Antes de realizar algún ensayo se debe tener una reunión con el analista responsable para planificar las etapas del ensayo y los respectivos tiempos a emplear.
- En caso de cualquier duda en cualquier etapa de algún ensayo de debe recurrir al analista responsable (no tomar decisiones bajo duda).



## SECCION II

### SULFATOS. (VALIDACIÓN POR EL MÉTODO TURBIDIMETRICO)

#### 9 OBJETIVOS

##### 9.1 OBJETIVO GENERAL.

- Validar el método turbidimétrico para el análisis de sulfatos en matrices de aguas bajo condiciones del laboratorio y personal del laboratorio.

##### 9.2 OBJETIVOS ESPECIFICO

- Revisión Bibliográfica sobre el método que se desea validar.
- Preparación del equipo y los materiales a ser empleados.
- Preparación de las soluciones, reactivos y muestras de referencia a ser empleados
- Obtención de las curvas de calibración
- Evaluar los resultados obtenidos

#### 10 FUNDAMENTO TEORICO.

##### 10.1 ANALISIS DE SULFATOS

Existen varios métodos de determinación de Sulfatos en aguas recomendados por el Stándar methods.

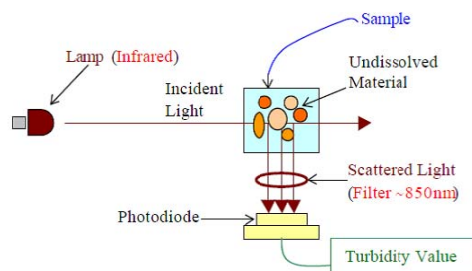
- Método gravimétrico con calcinación de residuo
  - Método gravimétrico con secado de residuo
  - Método turbidimétrico
  - Método automatizado del azul de metiltilmol
  - Método de análisis por inyección de flujo de azul de metiltilmol
- 
- El método gravimétrico de sulfato es un procedimiento bien conocido para llevar a cabo la determinación de sulfatos con precisión. Sin embargo debido a las características analíticas del análisis de la gravimetría este procedimiento lleva mucho tiempo y no es conveniente su aplicación a los estudios ambientales, en los que por lo general un gran número de muestras están involucradas.

- El método automatizado del azul de metiltimol.- En donde el sulfato de bario es formado por reacción del  $\text{SO}_4^{=}$  con  $\text{BaCl}_2$  a pH bajo, a pH alto el bario en exceso reacciona con el azul de metiltimol para producir un quelato azul, el azul de metiltimol no acomplexado es gris, la cantidad de azul de metiltimol no acomplexado de color gris indica la concentración de sulfatos. La gran interferencia provocada por varios cationes obliga a utilizar una columna de intercambio iónico para remover las interferencias.
- El método de análisis por inyección de flujo de azul de metiltimol también requiere el empleo de una columna de intercambio iónico lo cual lo hace poco factible en un tiempo real cuando se tiene un lote grande de muestras.
- El Método turbidimétrico en el cual los iones sulfato se hacen reaccionar con iones  $\text{Ba}^{+2}$  formándose así el  $\text{BaSO}_4$  los cuales son retenidos en suspensión.

## 10.2 NORMAS ISO EN TURBIDIMETRIA.

Para las mediciones conforme a la norma ISO 7027/ DIN EN 27027 (EN ISO 7027) se prescribe un diodo luminoso de infrarrojos (IR-LED) con una longitud de onda de 860 nm. Los *Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales* prevén el uso de una fuente luminosa de tungsteno de banda ancha (“luz blanca”)<sup>[15]</sup>.

La ISO 7027 Técnica turbidimétrica es usada para determinar la concentración de partículas suspendidas en una muestra de agua por la medida de la luz incidente dispersada a ángulo recto. La luz dispersa es capturada por un fotodiodo, que produce una señal electrónica que es convertida a valores de turbidez como se ilustra en la siguiente figura.



El análisis nefelométrico es más sensible para suspensiones diluidas (no mayores a 100 mg/L).

Con una fuente de luz infrarroja IR se minimiza o elimina cualquier tipo de efecto ocasionado por la presencia de sustancias coloreadas en la muestra, ya que, al realizar la medición a una longitud de onda de 860 nm, no se produce prácticamente nada de absorción. Por otra parte, a esta longitud de onda, la sensibilidad para detectar partículas pequeñas es un poco menor debido a la menor dispersión que tienen dichas partículas en general. Con una fuente de luz blanca, la sensibilidad para detectar partículas pequeñas es mayor, aunque cualquier coloración de la muestra afectará de manera considerable el resultado de la medición.

## 11. JUSTIFICACIÓN

De los anteriores métodos mencionados, bajo un análisis de factibilidad (detalle en reserva del LCA) se escogió el método turbidimétrico.

## 12. PARTE EXPERIMENTAL

### 12.1 MÉTODO.

El método turbidimétrico para el análisis de sulfatos en aguas para rangos altos está contemplado en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 20th Edition (4500-sulfate E).

### 12.2 MATERIALES EQUIPOS Y REACTIVOS

#### 12.2.1 MATERIALES

Los materiales de vidrio empleados fueron sometidos a limpieza con un detergente de limpieza luego en una solución de ácido Clorhídrico al 10% y por último con agua desionizada.

Los materiales volumétricos como las micropipetas están calibrados según estándares de calidad internos del laboratorio **LCA**.

<b>Materiales</b>
▪ Matraces Erlenmeyer
▪ Bureta de 50 ml clase A
▪ Barras de agitación imantadas
▪ Cronometro
▪ Espátula 0.2 a 0.3 ml
• Micropipetas de 1000uL, 5000uL y 10ml

### 12.2.2 EQUIPOS

<b>Equipos</b>
• Turbidímetro (Turbidimeter AL1000 AQUA LITIC) Ver Figura 3
• Agitador magnético
• Cronometro

### 12.2.3 REACTIVOS

#### Material de referencia.

Los materiales de referencia empleados para esta valoración son patrones internos, los cuales están controlados con normas de trazabilidad.

**Material Standard** (para el preparado de la recta de calibración) la solución de es de una concentración de 1000 +/- 0.01mg/L marca Merck

<b>Reactivos</b>
• Sulfato de Sodio p.a. Material de referencia
• Solución de sulfato (Material Estándar) Merck
• Solución Buffer A (para concentraciones de sulfatos mayores a 10 ppm)

## 13 RESULTADOS

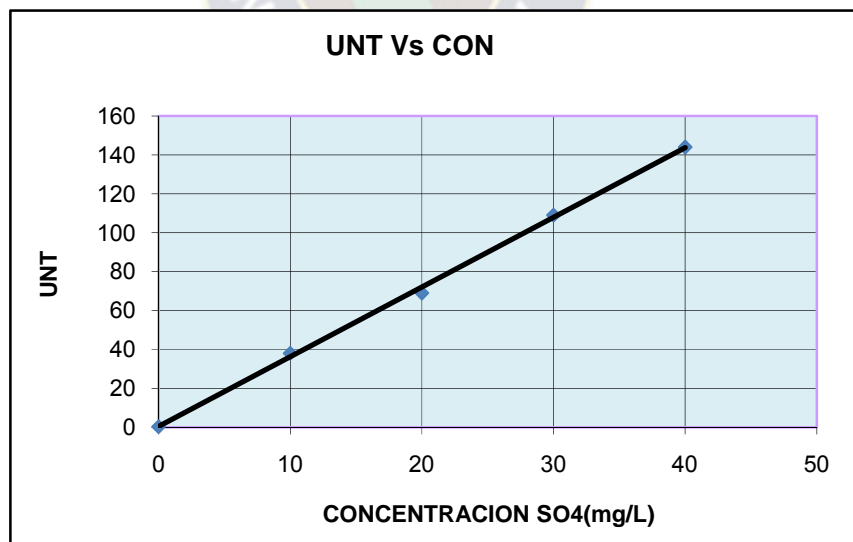
### 13.1 Limite de detección

El límite de detección para este método se lo realizo haciendo lecturas a varios blancos, Los resultados obtenidos son de entera responsabilidad y reserva del LCA

### 13.2 Linealidad.

Se elaboraron el mayor número posible de curvas de calibración, de los cuales se pudo ver la concordancia de los resultados. De tal manera que la linealidad de las curvas de calibración obtenidas son similares y el coeficiente de correlación promedio es de 0.999.

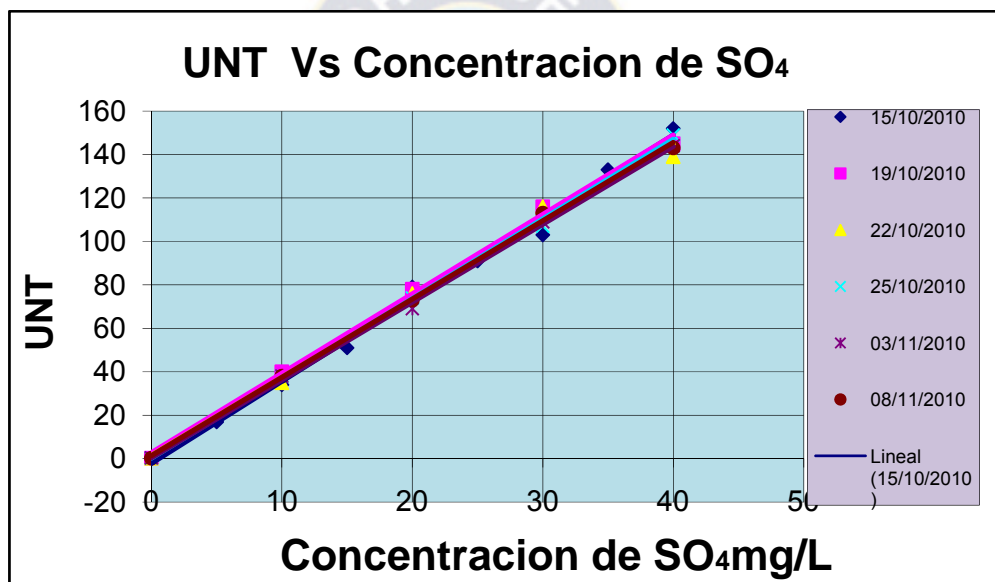
$$R^2 = 0.999$$



### 13.3 Repetitividad de las curvas de calibración

La repetitividad de las curvas de calibración realizadas bajo las mismas condiciones en diferentes fechas se muestra en la siguiente figura...

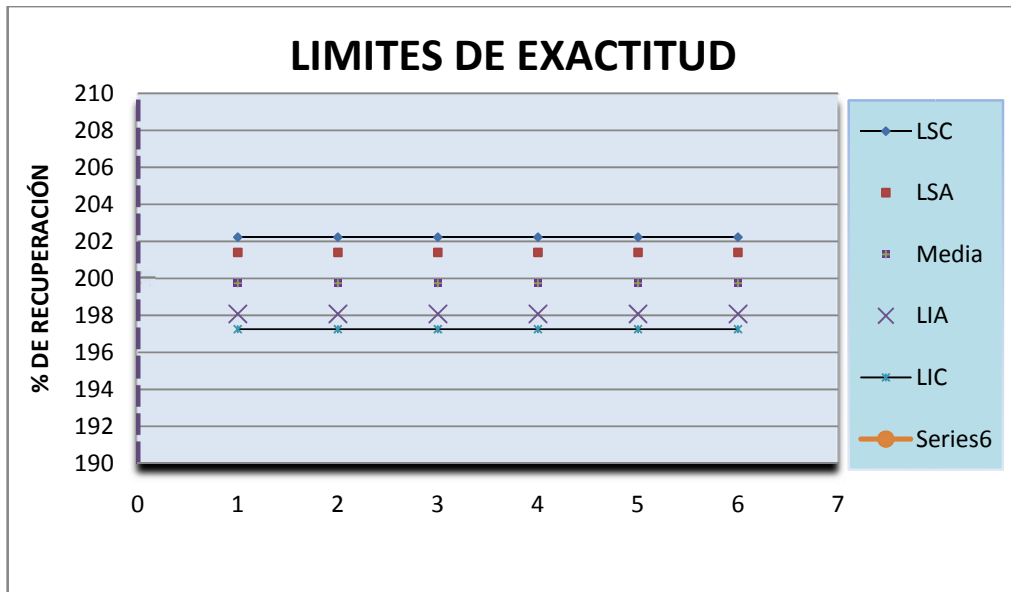
Como se puede ver las rectas son reproducibles en diferentes fechas con el mismo analista y bajo las mismas condiciones de trabajo



### 13.4 Exactitud

El control de calidad de la exactitud esta realizada con una muestra de referencia interna, de la cual se hicieron distintas lecturas obteniéndose la siguiente grafica de límites de exactitud

Esta grafica representa la sección en donde deben de estar los resultados del material de referencia cada vez que este sea analizado. Si los resultados se salen de esta banda habría que revisar las posibles fallas del método.



### 13.5 Precisión.

La precisión está dada por los resultados de; la desviación estándar, coeficiente de variación y la varianza

Desviación estándar	0,829108706
Coeficiente de variación	0,415096904
Varianza	0,687421246

## 14. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

La conclusión para este proceso de validación, una vez presentado los resultados al jefe de modulo fue que este método el viable debido al:

- Tiempo en el que se realiza el análisis
- La buena repetitividad que tiene la curva de calibración
- Y la reproducibilidad de las concentraciones de los muestras de referencia.
- Y la disposición de los materiales necesarios para dicho análisis.



Una de las fallas que se tubo al inicio de las mediciones es la mala interpretación de la toma de tiempos la cual recomendaba el método (Standard methods) fue que no se podía encontrar un buen tiempo en el que la solución en suspensión alcance una estabilidad.

También se debe de tener un adecuado conocimiento en los cálculos en programas estadísticos u Hojas Excel.

De los cálculos que se ba a realizar a partir de lios datos se debe tener total conocimiento de las formulas y sus respectivas interpretaciones.



## 15. BIBLIOGRAFIA

- [1] JAVIER ARELLANO DÍAZ INTRODUCCIÓN A LA INGENIERÍA AMBIENTAL ALFAOMEGA GRUPO EDITOR, S.A. DE C.V. 2002
- [2] Reglamento a la ley de medio Ambiente Ley N° 1333 D.S. N° 24176 (Bolivia)
- [3] DR. CLAUDIO ALFREDO ZAROR ZAROR *INTRODUCCIÓN A LA INGENIERÍA AMBIENTAL PARA LA INDUSTRIA DE PROCESOS* CONCEPCIÓN – CHILE (2000)
- [4] JAVIER ARELLANO DÍAZ INTRODUCCIÓN A LA INGENIERÍA AMBIENTAL ALFAOMEGA GRUPO EDITOR, S.A. DE C.V. 2002 pag 52
- [5] **NORMA MEXICANA ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE CLORUROS TOTALES EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS NMX-AA-073-SCFI-2001**
- [6] F. Velasco Aparicio **SISTEMAS DE ANÁLISIS “ANÁLISIS DE CONDUCTIVIDAD”** Proyecto ICUE Tarragona 2007
- [7] Clifford c. Hach Robert L. Klein, jr. Charles r. Gibbs “Introduction to Biochemical Oxygen Demand” booklet no. 7 Hach Company, 1997.
- [8] Wayne Boyles “The Science Of CHEMICAL OXYGEN DEMAND”, Booklet No. 9 Hach Company, 1997.
- [9] **Standard Methods for the examination of water and waste water 20 th edition 4500-N A**
- [10] **Standard Methods for the examination of water and waste water 20 th edition 4500-H<sup>+</sup> A1**
- [11] **Requisitos Generales Para La Competencia De Laboratorios De Calibracion Y Ensayo ISO/IEC FDIS 17025**
- [12] **Standard Methods for the examination of water and waste water 20 th edition Table 1060: I SUMMARY OF SPECIAL SAMPLING AND HANDLING REQUIREMENTS**
- [14] EPA's Sampling and Analysis Methods, segunda edición, EUA, pag. 1405.
- [13] **INTRODUCCIÓN A LA INGENIERÍA AMBIENTAL PARA LA INDUSTRIA DE PROCESOS C.A. ZAROR Z.** Concepción – Chile pagina 5-18
- [15] International Organization for Standards (ISO). 1990. International Standard ISO 7027 – Water Quality – Determination of Turbidity. ISO. Second edition 1990-04-15
- [16] **Centro Nacional de Metrología PUBLICACIÓN TÉCNICA CNM-MRD-PT-030 MÉTODOS ANALÍTICOS ADECUADOS A SU PROPÓSITO Guía de Laboratorio para la Validación de Métodos y Tems Relacionados Segunda Edición**



# Anexo A

Nº	Parámetros	Unidad	Cancerígenos	CLASE A	CLASE B	CLASE C	CLASE D
1	pH		NO	6.0 a 8.5	6.0 a 9.0	6.0 a 9.0	6.0 a 9.0
2	Temperatura	°C		(+/-) 3 °C de c. receptor	(+/-) 3 °C de c. receptor	(+/-) 3 °C de c. receptor	(+/-) 3 °C de c. receptor
3	Sólidos disueltos totales	mg/l		1000	1000	1500	1500
4	Aceites y grasas	mg/l	NO	Ausente	Ausente	0.3	1.00
5	DBO5	mg/l	NO	< 2	< 5	< 20	< 30
6	DQO	mg/l	NO	< 5	< 10	< 40	< 60
7	NMP Colifecales NMP	N/100ml	NO	< 50 y <5 en 80% muestras	< 1000 y <200 en 80% muestras	< 5000 y <1000 en 80% muestras	< 50000 y <5000 en 80% muestras
8	Parásitos	N/l		< 1	< 1	< 1	< 1
9	Color mg Pt/l	mg/l	NO	< 10	< 50	< 100	< 200
10	Oxígeno disuelto	mg/l	NO	>80% sat	> 70% sat	> 60 % sat	> 50% sat
11	Turbidez	NTU	NO	< 10	< 50	< 100 <2000***	< 200 – 10,000***
12	Sólidos sedimentables	mg/l-ml/l	NO	< 10 mg/l	30 mg/l – 0.1 ml/l	< 50 mg/l – <1 ml/l	100 mg/l – <1 ml/l
13	Aluminio	mg/l		0.2 c. Al	0.5 c. Al	1.0 c. Al	1.0 c. Al
14	Amoníaco	mg/l	NO	0.05c. NH <sub>3</sub>	1.0 c. NH <sub>3</sub>	2.0 c. NH <sub>3</sub>	4.0 c. NH <sub>3</sub>
15	Antimonio	mg/l	NO	0.01 c. Sb	0.01 c. Sb	0.01 c. Sb	0.01 c. Sb
16	Arsénico total	mg/l	SI	0.05 c. As	0.05 c. As	0.05 c. As	0.1 c. As
17	Benceno	ug/l	SI	2 c. Benceno	6.0 c. Benceno	10.0 c. Benceno	10.0 c. Benceno
18	Bario	mg/l	NO	1 - 0.05 c. Ba	1.0 c. Ba	2.0 c. Ba	5.0 c. Ba
19	Berilio	mg/l	SI	0.001 c. Be	0.001 c. Be	0.001 c. Be	0.001 c. Be
20	Boro	mg/l		1.0 c. B	1.0 c. B	1.0 c. B	1.0 c. B
21	Calcio	mg/l	NO	200	300	300	400
22	Cadmio	mg/l	NO	0.005	0.005	0.005	0.005
23	Cianuros	mg/l	NO	0.02	0.1	0.2	0.2
24	Cloruros	mg/l	NO	250 c. Cl	300 c. Cl	400 c. Cl	500 c. Cl
25	Cobre	mg/l	NO	0.05 c. Cu	1.0 c. Cu	1.0 c. Cu	1.0 c. Cu
26	Cobalto	mg/l		0.1 c. Co	0.2 c. Co	0.2 c. Co	0.2 c. Co
27	Cromo Hexavalente	mg/l	SI	0.05 c. Cr total	0.05 c. Cr +6	0.05 c. Cr +6	0.05 c. Cr +6

Nº	Parámetros	Unidad	Cancerígenos	CLASE A	CLASE B	CLASE C	CLASE D
28	Cromo Trivalente	mg/l	NO		0.6 c. Cr+3	0.5 c. Cr+3	1.1 c. Cr+3
29	1,2 Dicloroetano	mg/l	SI	10	10	10	10
30	1,1 Dicloroetano	mg/l	SI	0.3	0.3	0.3	0.3
31	Estaño	mg/l	NO	2.0 c. Sn	2.0 c. Sn	2.0 c. Sn	2.0 c. Sn
32	Fenoles	mg/l	NO	1.0 c. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH	1.0 c. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH	5.0 c. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH	10.0 c. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH
33	Hierro Soluble	mg/l	NO	0.3 c. Fe	0.3 c. Fe	1.0 c. Fe	1.0 c. Fe
34	Fluoruros	mg/l	NO	0.6-1.7 c. F	0.6-1.7 c. F	0.6-1.7 c. F	0.6-1.7 c. F
35	Fosfato total	mg/l	NO	0.4 c. Ortofosfato	0.5 c. Ortofosfato	1.0 c. Ortofosfato	1.0 c. Ortofosfato
36	Magnesio	mg/l	NO	100 c. Mg	100 c. Mg	150 c. Mg	150 c. Mg
37	Manganeso	mg/l	NO	0.5 c. Mn	1.0 c. Mn	1.0 c. Mn	1.0c. Mn
38	Mercurio	mg/l	NO	0.001 Hg	0.001 Hg	0.001 Hg	0.001 Hg
39	Litio	mg/l		2.5 c. Li	2.5 c. Li	2.5 c. Li	5.0 c. Li
40	Niquel	mg/l	SI	0.05 c. Ni	0.05 c. Ni	0.5 c. Ni	0.5 c. Ni
41	Nitrato	mg/l	NO	20 c. NO <sub>3</sub>	30 c. NO <sub>3</sub>	50 c. NO <sub>3</sub>	50 c. NO <sub>3</sub>
42	Nitrito	mg/l	NO	<1.0 c. N	1.0 c. N	1.0 c. N	1.0 c. N
43	Nitrógeno Total	mg/l	NO	5 c. N	12 c. N	12 c. N	12 c. N
44	Plomo	mg/l	NO	0.05 c. Pb	0.05 c. Pb	0.05 c. Pb	0.1 c. Pb
45	Plata	mg/l	NO	0.05 c. Ag	0.05 c. Ag	0.05 c. Ag	0.05 c. Ag
46	Pentaclorofenol	mg/l	SI	5	10	10	10
47	Selenio	mg/l	NO	0.01 c. Se	0.01 c. Se	0.01 c. Se	0.05 c. Se
48	Sodio	mg/l	NO	200	200	200	200
49	Sólidos Flotantes			Ausentes	Ausentes	Ausente	<Retenido malla 1 mm <sup>2</sup>
50	Sulfatos	mg/l	NO	300 c. SO <sub>4</sub>	400 c. SO <sub>4</sub>	400 c. SO <sub>4</sub>	400 c. SO <sub>4</sub>
51	Sulfuros	mg/l	NO	0.1	0.1	0.5	1.0
52	S.A.A.M.(Detergentes)	mg/l		0.5	0.5	0.5	0.5
53	Tetracloroetano	ug/l	NO	10	10	10	10
54	Tricloroetano	ug/l	SI	30	30	30	30
55	Tetracloruro de Carbono	ug/l	SI	3	3	3	3
56	2,4,6 Triclorofenol	ug/l	SI	10	10	10	10
57	Uranio Total	mg/l		0.02 c. U	0.02 c. U	0.02 c. U	0.02 c. U
58	Vanadio	mg/l	NO	0.1 c. V	0.1 c. V	0.1 c. V	0.1 c. V
59	Zinc	mg/l	NO	0.2 c. Zn	0.2 c. Zn	0.2 c. Zn	0.2 c. Zn

# Anexo B

## SUMMARY OF SPECIAL SAMPLING AND HANDLING REQUIREMENTS\*

Determination	Container†	Minimum Sample Size mL	Sample Type‡	Preservation§	Maximum Storage	
					Recommended	Regulatory¶
Acidity	P, G(B)	100	g	Refrigerate	24 h	14 d
Alkalinity	P, G	200	g	Refrigerate	24 h	14 d
BOD	P, G	1000	g, c	Refrigerate	6 h	48 h
Boron	P (PTFE) or quartz	1000	g, c	HNO <sub>3</sub> to pH <2	28 d	6 months
Bromide	P, G	100	g, c	None required	28 d	28 d
Carbon, organic, total	G (B)	100	g, c	Analyze immediately; or refrigerate and add HCl, H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , or H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2	7 d	28 d
Carbon dioxide	P, G	100	g	Analyze immediately	0.25 h	N.S.
COD	P, G	100	g, c	Analyze as soon as possible, or add H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2; refrigerate	7 d	28 d
Chloride	P, G	50	g, c	None required	N.S.	28 d
Chlorine, total, residual	P, G	500	g	Analyze immediately	0.25 h	0.25 h
Chlorine dioxide	P, G	500	g	Analyze immediately	0.25 h	N.S.
Chlorophyll	P, G	500	g	Unfiltered, dark, 4°C Filtered, dark, -20°C (Do not store in frost-free freezer)	24-48 h 28 d	
Color	P, G	500	g, c	Refrigerate	48 h	48 h
Specific conductance	P, G	500	g, c	Refrigerate	28 d	28 d
Cyanide Total	P, G	1000	g, c	Add NaOH to pH >12, refrigerate in dark#	24 h	14 d; 24 h if sulfide

Determination	Container†	Minimum Sample Size mL	Sample Type‡	Preservation§	Maximum Storage	
					Recommended	Regulatory¶
Total	P, G	1000	g, c	Add NaOH to pH >12, refrigerate in dark#	24 h	14 d; 24 h if sulfide present
Amenable to chlorination	P, G	1000	g, c	Add 0.6 g ascorbic acid if chlorine is present and refrigerate	stat	14 d; 24 h if sulfide present
Fluoride	P	100	g, c	None required	28 d	28 d
Hardness	P, G	100	g, c	Add HNO <sub>3</sub> or H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2	6 months	6 months
Iodine	P, G	500	g	Analyze immediately	0.25 h	N.S.
Metals, general	P(A), G(A)	1000	g, c	For dissolved metals filter immediately, add HNO <sub>3</sub> to pH <2	6 months	6 months
Chromium VI	P(A), G(A)	1000	g	Refrigerate	24 h	24 h
Copper by colorimetry*					g, c	
Mercury	P(A), G(A)	1000	g, c	Add HNO <sub>3</sub> to pH <2, 4°C, refrigerate	28 d	28 d
Nitrogen						
Ammonia	P, G	500	g, c	Analyze as soon as possible or add H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2, refrigerate	7 d	28 d
Nitrate	P, G	100	g, c	Analyze as soon as possible; refrigerate	48 h	48 h (28 d for chlorinated samples)
Nitrate + nitrite	P, G	200	g, c	Add H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2, refrigerate	1-2 d	28 d
Nitrite	P, G	100	g, c	Analyze as soon as possible; refrigerate	none	48 h
Organic, Kjeldahl*	P, G	500	g, c	Refrigerate, add H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2	7 d	28 d

Determination	Container†	Minimum Sample Size mL	Sample Type‡	Preservation§	Maximum Storage	
					Recommended	Regulatory¶
Oil and grease	G, wide-mouth calibrated	1000	g	Add HCl or H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2, refrigerate	28 d	28 d
Organic compounds						
MBA's	P, G	250	g, c	Refrigerate	48 h	N.S.
Pesticides*	G(S), PTFE-lined cap	1000	g, c	Refrigerate, add 1000 mg ascorbic acid/L if residual chlorine present	7 d	7 d until extraction; 40 d after extraction
Phenols	P, G, PTFE-lined cap	500	g, c	Refrigerate, add H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2	*	28 d until extraction
Purgeables* by purge and trap	G, PTFE-lined cap	2 × 40	g	Refrigerate; add HCl to pH <2; add 1000 mg ascorbic acid/L if residual chlorine present	7 d	14 d
Base/neutrals acids	G(S) amber	1000	g, c	Refrigerate	7 d	7 d until extraction; 40 d after extraction
Oxygen, dissolved	G, BOD bottle	300				
Electrode				Analyze immediately	0.25 h	0.25 h
Winkler				Titration may be delayed after acidification	8 h	8 h
Ozone	G	1000	g	Analyze immediately	0.25 h	N.S.
pH	P, G	50	g	Analyze immediately	0.25 h	0.25 h
Phosphate	G(A)	100	g	For dissolved phosphate filter immediately; refrigerate	48 h	N.S.
Phosphorus, total	P, G	100	g, c	Add H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2 and refrigerate	28 d	
Salinity	G, wax seal	240	g	Analyze immediately or use wax seal	6 months	N.S.
Silica	P (PTFE) or quartz	200	g, c	Refrigerate, do not freeze	28 d	28 d
Sludge digester gas	G, gas bottle	—	g	—	N.S.	
Solids <sup>9</sup>	P, G	200	g, c	Refrigerate	7 d	2–7 d; see cited reference

Determination	Container†	Minimum Sample Size mL	Sample Type‡	Preservation§	Maximum Storage	
					Recommended	Regulatory¶
Phosphorus, total	P, G	100	g, c	Add H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> to pH <2 and refrigerate	28 d	
Salinity	G, wax seal	240	g	Analyze immediately or use wax seal	6 months	N.S.
Silica	P (PTFE) or quartz	200	g, c	Refrigerate, do not freeze	28 d	28 d
Sludge digester gas	G, gas bottle	—	g	—	N.S.	
Solids <sup>9</sup>	P, G	200	g, c	Refrigerate	7 d	2–7 d; see cited reference
Sulfate	P, G	100	g, c	Refrigerate	28 d	28 d
Sulfide	P, G	100	g, c	Refrigerate; add 4 drops 2N zinc acetate/100 mL; add NaOH to pH >9	28 d	7 d
Temperature	P, G	—	g	Analyze immediately	0.25 h	0.25 h
Turbidity	P, G	100	g, c	Analyze same day; store in dark up to 24 h, refrigerate	24 h	48 h

\* For determinations not listed, use glass or plastic containers; preferably refrigerate during storage and analyze as soon as possible.

† P = plastic (polyethylene or equivalent); G = glass; G(A) or P(A) = rinsed with 1 + 1 HNO<sub>3</sub>; G(B) = glass, borosilicate; G(S) = glass, rinsed with organic solvents or baked.

‡ g = grab; c = composite.

§ Refrigerate = storage at 4°C ± 2°C; in the dark; analyze immediately = analyze usually within 15 min of sample collection.

¶ See citation<sup>10</sup> for possible differences regarding container and preservation requirements. N.S. = not stated in cited reference; stat = no storage allowed; analyze immediately.

# If sample is chlorinated, see text for pretreatment.