

ANEJO 3: MÉTODOS ANALÍTICOS DE AGUAS.

DETERMINACIÓN PH

Objetivo

Determinación de la concentración de iones de hidrónio $[H_3O^+]$ presentes en las muestras de agua. Para la determinación se un electrodo estándar de hidrógeno con un electrodo de referencia. El método consiste en la determinación de la actividad de iones hidrógeno por medidas potenciométricas usando un electrodo estándar de hidrógeno con un electrodo de referencia.

Materiales:

- Medidor de pH (pH-metro "Micro pH2000" De la marca comercial Crison.
- Electrodo de referencia de potencial constante y electrodo de vidrio.
- Termómetro o sensor de temperatura para compensación automática en el instrumento.
- Soluciones buffer de pH.
- Muestras de agua y recipientes de plástico.

Metodología:

1. Se realiza la calibración del instrumento siguiendo una serie de indicaciones que se especifican en el folleto de instrucciones que va con el medidor de pH.
2. Medida del pH de la muestra.
3. Acabada la medición del pH se deben enjuagar y secar los electrodos para evitar que queden restos de agua que puedan interferir en las siguientes mediciones. Una vez se termine de valorar los electrodos se colocaran en una solución para conservarlos.

CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

Objetivo:

El método pretende medir la conductividad utilizando una celda de conductividad con una solución de cloruro potásico (KCL). Para que las mediciones se correspondan con la realidad se deben realizar en las 24 horas siguientes de la recolección. Si no se pudiera realizar en dicho intervalo de tiempo se recomienda preservarlas a 4 °C durante 28 días.

Materiales:

- Medidor de conductividad.
- Celda de conductividad.
- Termómetro con precisión de 0,1°C, en el rango de 20-30°C.
- Muestras de agua y recipientes de plástico .

Procedimiento:

1. Introducir el medidor de conductividad en la muestra y proceder a realizar la lectura en el aparato.
2. Una vez finalizada la medida enjuagar el medidor y proceder a ubicarlo en un matraz con agua destilada.

SOLIDOS TOTALES, SUSPENDIDOS, VOLÁTILES Y FIJOS.

Objetivo:

Determinación de los sólidos totales a partir de los volátiles y de los fijos.

- Los sólidos totales son los residuos resultantes luego de la evaporación y secado de la muestra en una estufa a 103-105°C. Los sólidos totales incluyen volátiles y fijos.
- Los sólidos fijos son los residuos resultantes luego de calcinar la muestra a 550±50 °C.
- Los sólidos volátiles corresponden a los compuestos perdidos durante la calcinación a 550±50 °C. Se determinan por diferencia de peso entre sólidos totales y fijos.

Materiales:

- Filtros de fibra de vidrio: Whatman 934 AH o Gelman A/E o Milipore AP 40. Preferentemente de 4,7 cm de diámetro.
- Equipo de filtración por vacío: embudo de membrana filtrante, preferentemente de 4,7 cm de diámetro, frasco de succión de suficiente capacidad para la muestra, trampa de agua, bomba de vacío.
- Estufa para operar a 103-105°C.
- Mufla para operar a 550 ± 50°C.
- Balanza analítica de precisión 0.1 mg.
- Cápsulas de porcelana.
- Probetas

Procedimiento:

1. Preparación del papel de filtro:
Colocar el filtro en el embudo de filtración. Aplicar vacío y enjuagar con tres porciones de 20 mL de agua destilada. Continuar la succión hasta eliminar totalmente el agua. Secar en estufa 103-105°C por 1 hora en un soporte de porcelana o similar. Si se va a determinar volátiles muflar por 15 min. a 550 °C, enfriar en desecador y pesar. Repetir el ciclo de muflado, enfriado y pesado hasta peso constante.
2. Tomar un volumen de muestra homogeneizada que de un residuo seco entre 2.5 y 200 mg. Verter el volumen medido en el embudo de filtración. Comenzar la succión. Lavar 3

veces sucesivas con 10 mL de agua destilada cada vez, permitiendo un completo drenaje en los lavados. Continuar la succión por 3 minutos hasta que la filtración sea completa.

3. Remover el filtro y colocarlo sobre un soporte de porcelana. Secar por 1 hora a 103-105°C en estufa, enfriar en desecador hasta temperatura ambiente y pesar. Repetir el ciclo de secado, enfriado, y pesado hasta peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor que el 4% del peso previo o 0.5 mg.
4. Colocar el filtro anterior en la mufla a $550 \pm 50^\circ\text{C}$ durante 1 hora. Enfriar en desecador y pesar. Repetir la secuencia hasta obtener peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor que el 4% del peso previo o 0.5 mg.

Cálculos y expresión de resultados:

$$\text{ST, mg/L} = (P_2 - P_1) \times 1000 / V$$

$$\text{STF, mg/L} = (P_3 - P_1) \times 1000 / V$$

$$\text{STV, mg/L} = \text{ST} - \text{STF}$$

Donde:

ST= sólidos totales en mg/L

STF= sólidos totales fijos en mg/L

STV= sólidos totales volátiles en mg/l

P1= peso de la cápsula preparada en mg.

P2= peso de la cápsula más el residuo seco a 103-105°C en mg.

P3= peso de la cápsula más el residuo seco a 550°C en mg.

V= volumen de muestra tomada en mL.

SODIO

Objetivo:

Determinación del sodio en aguas

Materiales:

- Vaso precipitado
- Fotómetro de llama
- Reactivos
- Muestras de agua y recipientes para almacenarlas
- Pipetas
- Aguas destilada

Procedimiento:

1. Encendemos el fotómetro y el gas .intentando que la llama quede lo más azul posible. Seleccionamos el filtro de sodio
2. Colocamos un vaso de precipitados con agua destilada para que succione.
3. Realizaremos la recta de calibrado.
4. Las muestras se diluirán dependiendo de la conductividad eléctrica.
5. Leemos en el fotómetro y apuntamos la lectura.

POTASIO

Objetivo: Determinación del contenido de potasio en aguas

Materiales:

- Fotómetro de llama
- Muestras de agua y recipientes para almacenarlas
- Pipetas
- Aguas destilada

Procedimiento:

1. Encendemos el fotómetro y el gas .intentando que la llama quede lo más azul posible. Seleccionamos el filtro de potasio
2. Colocamos un vaso de precipitados con agua destilada para que succione.
3. Realizaremos la recta de calibrado.
4. Leemos en el fotómetro y apuntamos la lectura.

CALCIO

OBJETIVO

Determinación del contenido del calcio en aguas naturales. El calcio es el catión principal en las aguas naturales por su presencia. El método utilizado se basa en la capacidad de los iones calcio en formar complejos quelatos con la sal disódica del ácido EDTA (etilendiaminotetraacético) en un medio a pH 12. El ión calcio en presencia de murexida forma un complejo de color rosa que vira a malva cuando todo el calcio es copado por el EDTA

MATERIALES

- Bureta graduada
- Reactivos : Murexida y EDTA
- Cucharilla
- Tampón pH 12
- Matraz erlenmeyer
- Muestra de agua y recipientes de plástico
- Pipetas
- Agua destilada

METODOLOGÍA

1. Introducimos 10 ml de muestra en el matraz erlenmeyer y 40 ml de agua destilada.
2. Añadimos entre 6-10 gotas de tampón pH 12 y seguidamente con una cucharilla introduciremos entre 0,1-0,2 g de murexida.
3. Valoramos la muestra añadiendo la solución EDTA hasta que vire de rosa a malva.
3. Una vez realizada la valoración anotamos los ml de EDTA utilizados.
4. Por último depositaremos las muestras en los contenedores de residuos correspondientes y limpiaremos bien el material.

DUREZA

OBJETIVO

Determinar el contenido de magnesio en las aguas naturales mediante el método de la dureza , El cálculo se basa en la capacidad de los iones calcio y magnesio de formar un complejo quelato con la sal disódica del ácido EDTA (etilendiaminotetraacético) en una solución acuosa a pH 10. Con el indicador negro de dicromo el magnesio forma un complejo color vino que tras ser valorados con el EDTA pasa a un color azul al copar los iones magnesio el EDTA.

MATERIALES

- Bureta graduada
- Negro de dicromo
- Tampón pH10
- Solución EDTA
- Matraz Erlenmeyer
- Muestras de agua y recipientes
- Pipetas
- Agua destilada

METODOLOGÍA

1. Introducimos en un matraz Erlenmeyer 25 ml de muestra y posteriormente 25 ml de agua destilada .
2. Añadimos entre 5 y 10 gotas de tampón pH 10 y 2 gotas de negro de dicromo obteniéndose una disolución de color rojo vino.
3. Valoraremos con una disolución EDTA (0,01N) hasta que vire del color rojo vino al negro azul.
4. Una vez haya virado anotaremos la cantidad de volumen de EDTA empleado en la valoración.
5. El valor de magnesio será la diferencia entre los ml de EDTA usados mediante el método de la dureza y los ml EDTA usados para la valoración del Calcio.

CARBONATOS Y BICARBONATOS

OBJETIVO

El método consiste en la determinación de la concentración de carbonatos y bicarbonatos en las aguas naturales mediante valoraciones químicas en la cual la muestra de agua en presencia de indicadores ácido –base nos indica la cantidad de ml de HCL para neutralizar los iones carbonatos (CO_3^{2-}) y bicarbonatos (HCO_3^{-1}) de la muestra.

MATERIALES

- Bureta graduada
- Matraces erlenmeyer
- Reactivos : Fenofaleína , naranja de metilo, HCl (0,02N)
- Muestras de agua y recipientes para almacenarla
- Pipetas
- Agua destilada

METODOLOGÍA

1. Disponemos en un matraz erlenmeyer 10 ml de muestra y le añadimos 30 ml de agua destilada.
2. Añadimos una gotas de fenofaleína .Si la muestra vira a rosa entonces hay carbonatos por lo que se debe realizar la valoración con HCl (0,02N) que habremos colocado previamente en la bureta .
3. Agitaremos manualmente el matraz mientras vamos añadiendo el HCl hasta que pase de rosa a incoloro. Una vez virado anotamos los ml gastados .Hay que decir que si tras añadir la fenofaleína la muestra no vira a rosa significara que la muestra no presenta carbonatos y pasaremos a calcular los bicarbonatos.
4. A la misma muestra añadimos unas gotas de naranja de metilo y valoramos con HCl (0,02N) hasta su viraje de amarillo a naranja. En dicho momento anotaremos el volumen gastado.
5. Una vez realizadas las valoraciones depositaremos las muestras en los contenedores de residuos correspondientes y limpiaremos bien el material.

CLORO

OBJETIVO

Determinar del cloro en aguas naturales. El cloro en forma de ion cloruro es uno de los aniones inorgánicos con mayor concentración en las aguas naturales y residuales. La valoración se realizara siguiendo el método de mohl en el cual se le añade a la muestra nitrato de plata (AgNO_3) que reaccionará con los iones cloruro hasta el punto en que ya no hayan y entonces reaccionen con un dicromato de potásico (K_2CrO_4) produciéndose un cambio de color

MATERIALES

- Bureta graduada
- Matraz ernlenmeyer
- Reactivos: Dicromato potásico (K_2CrO_4) al 5%,nitrato de plata (1N),
- Muestras de agua y sus recipientes de plástico
- Pipetas
- Agua destilada

METODOLOGÍA

1. Introducimos 10 ml de muestra de agua en el matraz ernlenmeyer y seguidamente añadimos 90 ml de agua destilada .
2. Añadimos entre 4 -5 gotas de solución de dicromato potásico al 5%
3. Medimos el pH de la muestra .Si dicho valor no se encuentre entre 6,30-10,50 se debería acidificar o basificar hasta encontrar el rango.
4. Comenzamos a valorar añadiendo el nitrato de plata a nuestra solución mientras agitamos la muestra hasta que la muestra vire de color amarillo a rojo rosáceo
5. Una vez realizada la valoración anotamos los ml de nitrato de plata utilizados.
6. Por último depositaremos las muestras en los contenedores de residuos correspondientes y limpiaremos bien el material.

SULFATOS

Objetivo:

Determinación del sulfato en las aguas

Materiales:

- Vaso de precipitados
- Espectrofotómetro
- Cubeta de vidrio
- Cucharilla
- Matraz ernlenmeyer
- Muestras de agua y recipientes de plástico
- Cucharilla
- Agua destilada.

Procedimiento:

1. Introduciremos en el matraz ernlenmeyer 10 ml de muestra , 1ml de HCL y 9 ml de agua destilada .
2. Introducimos BaCl agitando y dejándolo reposar 30 minutos .
3. Encendemos el espectrofotómetro y empezamos a medir a 650 nm .

COLOROFLA

Objetivo:

Determinación del contenido en clorofila de las aguas con el objetivo de saber la cantidad de biomasa del fitoplancton. La clorofila "a" es el pigmento que poseen los vegetales. Así pues, la clorofila "a" presente en el agua es un buen indicador del grado de eutrofización existente en un ecosistema acuático

Materiales :

- Filtros de fibra de vidrio
- Equipo de filtración por vacío
- Centrifugadora
- Refrigerador
- Tubos de plástico
- Espectrofotómetro
- Pipeta
- Vaso de precipitados
- Muestras de agua y recipientes de plástico

Procedimiento:

1. Se coloca el papel de filtro sobre el equipo de filtración por vacío y se hace pasar un volumen determinado de muestra.
2. A continuación se coloca el papel de filtro dentro del tubo de plástico al cual se le añade acetona y se centrifuga durante un tiempo.
3. La muestra recién centrifugada pasa al refrigerador.
4. Se toman 3 ml de la muestra y vierten en una cubeta de vidrio que se coloca dentro del espectrofotómetro , el cual realizará la lectura para una longitud de onda de 750nm
5. Se anotan los valores obtenidos.

DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO₅)

OBJETIVO:

Procedimiento experimental que mide el oxígeno requerido por los organismos en sus procesos metabólicos al consumir la materia orgánica presente en una muestra de agua. Las condiciones

estándar del ensayo incluyen incubación en la oscuridad a 20°C por un tiempo determinado, generalmente cinco días

MATERIALES

- Solución buffer de fosfato
- Solución de magnesio sulfato.
- Solución de cloruro de calcio.
- Solución de cloruro férrico.
- Solución de sulfito de sodio (en caso de haber cloro residual).
- Soluciones ácido –base (en caso de que la muestra no este entre 6 y 8)
- Inhibidor de la nitrificación.
- Recipiente opaco marca OxiTop
- Incubadora.

METODOLOGÍA

1. Preparación de la solución que se añadirá junto con la muestra de agua al OxiTop.
2. Se introduce un volumen definido de la muestra en un recipiente opaco que evite que la luz pueda introducirse en su interior (se eliminarán de esta forma las posibles reacciones fotosintéticas generadoras de gases). Estos recipientes reciben el nombre de OxiTop , marca que los comercializa.
3. Se introduce un agitador magnético en su interior, y se tapa la boca de la botella con un capuchón de goma en el que se introducen algunas lentejas de sosa. Se cierra la botella con un sensor piezoeléctrico, y se introduce en una incubadora a 20 °C durante 5 días.
4. Los cambios de presión que se producirán a lo largo de los días en el interior de la botella son controlados por un microprocesador interno que traduce los valores de presión a valores de DBO. Dicho sensor almacena 5 medidas a intervalos de 24 horas permitiendo realizar mediciones no los fines de semana. La demanda biológica de oxígeno se obtiene como al restar la demanda de oxígeno inicial menos la demanda de oxígeno final.

DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)

OBJETIVO

Determinación de la cantidad de oxígeno requerido para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua bajo unas condiciones específicas de agente oxidante , temperatura y tiempo.

MATERIALES

- Pipeta
- Kit Dinko DQO de 25 tubos estandarizados de 16 mm de diámetro.
- Dinko digestor modelo D-65 para digerir la muestra.
- Espectrofotómetro SP

METODOLOGÍA

1. Introduccion la muestra de agua en el tubo Dinko D-65
2. Los tubos con el agua son colocados en el digestor donde se oxida. Dicho tubo contiene además ácido sulfúrico y dicromato potásico en presencia de un catalizador sulfato de plata. El dicromato reducido es proporcional a la demanda química de oxígeno
3. Transcurridas 2 horas , los tubos son sacados del digestor y se colocan en el espectrofotómetro donde se realiza la lectura a 580 nm, expresándose el resultado final en miligramos de oxígeno consumido por litro de muestra.