

FUERZAS MILITARES DE COLOMBIAFUERZA AÉREA



**GRUPO AÉREO DEL CASANARE
GACAS**

ANEXO 8 ESPECIFICACIONES TECNICAS LOTE 4 GRUPO AÉREO DEL CASANARE (GACAS)

OBJETO:

SERVICIO DE MONITOREO DE CALIDAD DE AGUA EN LOS GRUPOS AÉREOS DE LA FAC (GRUPO AÉREO DEL ORIENTE, GRUPO AÉREO DEL AMAZONAS, GRUPO AÉREO DEL CARIBE Y GRUPO AÉREO DEL CASANARE).

2024-2025

OBJETO

Las siguientes especificaciones **corresponden a los aspectos técnicos generales que debe cumplir el contratista para la ejecución de “SERVICIO DE MONITOREO DE CALIDAD DE AGUA EN LOS GRUPOS AÉREOS DE LA FAC (GRUPO AÉREO DEL ORIENTE, GRUPO AÉREO DEL AMAZONAS, GRUPO AÉREO DEL CARIBE Y GRUPO AÉREO DEL CASANARE).**

1. LUGAR DEL SERVICIO:

El servicio debe de ser prestado en **LOTE 4: GRUPO AÉREO DEL CASANARE (GACAS):** Las muestras serán tomadas en la Base Aérea calle 40 # 19 – 45 Yopal Casanare.

2. HORARIO.

Se deberá de coordinar con el supervisor del contrato de manera mensual la fecha de ingreso del personal que realiza la toma de muestras.

El personal que tome las muestras debe estar asegurado al sistema de seguridad social y riesgos profesionales. Es obligación del contratista hacer que el personal de trabajadores utilice y cuente con los implementos de seguridad según el tipo de actividad que realicen.

3. UNIFORMES.

El contratista debe proveer al personal operario y/o técnico, los uniformes y/o dotación de acuerdo a la actividad que desarrolle, este uniforme debe ser prenda superior con el logo de la empresa. En caso de que el personal no se encuentre debidamente uniformado al momento del ingreso a la Unidad, no se permitirá el ingreso.

4. TRANSPORTE Y ALIMENTACION

El transporte, alimentación y alojamiento del personal, el CONTRATISTA deberá asumirla coordinación y costo de los mismos.

5. ASPECTO AMBIENTAL

El contratista se obliga a ejecutar los servicios de acuerdo con las disposiciones legales vigentes sobre el medio ambiente, las normas especiales para el trámite y obtención de las autorizaciones y permisos específicos otorgados por la autoridad competente para el uso y aprovechamiento de los recursos naturales en caso de que ser requeridas.

Durante la ejecución del contrato el contratista está obligado a organizar los trabajos de tal forma que los procedimientos aplicados sean compatibles con los requerimientos técnicos necesarios para adelantar en forma sostenible y con las disposiciones contenidas la legislación ambiental colombiana aplicable.

6. PROGRAMA DE SALUD OCUPACIONAL.

El Contratista, además de la obligación de establecer y ejecutar en forma permanente el Programa de Salud Ocupacional, según lo establecido en las normas vigentes, es responsable de los riesgos originados en su ambiente de trabajo (Capítulo VI PREVENCIÓN Y PROMOCIÓN DE RIESGOS PROFESIONALES, Decreto 1295 de 1994).

NOTA:

Las empresas con menos de diez (10) trabajadores no están obligadas a tener Programa de Salud Ocupacional, pero sí deberán exhibir el Reglamento de Higiene y Seguridad Industrial, debidamente aprobado por el Ministerio de Protección Social.

El contratista deberá proveer a la totalidad del personal que labora o visita las instalaciones de la Unidad y de acuerdo con la actividad que cumple en el proyecto o el área a visitar y al riesgo al que está expuesto, de la dotación de seguridad necesaria. De la misma manera proveerá y ubicará la señalización de seguridad pertinente.

Para la ejecución de los trabajos se deberán tomar todas las medidas de seguridad consideradas pertinentes, inclusive aquellas recomendadas en el RETIE.

La totalidad del personal empleado en la prestación del servicio deberá ser calificado para la actividad a su cargo dentro de la ejecución del proyecto, para lo que deberá contar con la respectiva tarjeta profesional y/o certificación (en los casos que aplique)

7. CONSIDERACIONES LOGISTICAS PARA LA PRESTACIÓN DEL SERVICIO

Teniendo en cuenta que el presente proceso, el contratista asumirá todos los costos en que se incurra con ocasión del desarrollo del contrato.

- El contratista se obliga a ejecutar los servicios cumpliendo al 100% con el traslado de equipos, materiales, insumos y todo aquello que requiera para la ejecución del proyecto a su cargo.
- El contratista garantizará la cadena de custodia de las muestras.

7.1 CONSIDERACIONES LOGISTICAS ESPECIALES

- Una vez adjudicado el contrato el supervisor del contrato coordinará la solicitud de autorización para el ingreso a la Unidad.
- El contratista deberá entregar los insumos, materiales, equipos, EPP, herramientas al personal antes del ingreso a la Unidad Militar Aérea, con el fin de que cuando ingrese el personal garantice el desarrollo de tareas y actividades sin ninguna novedad.
- El contratista deberá disponer de la logística y el personal necesario para efectuar. El número de muestras requerido de acuerdo a las cantidades requeridas.

NOTAS GENERALES

El alcance del trabajo comprende la provisión de mano de obra, la dirección técnica, el suministro de materiales, equipos y herramientas necesarias para llevar a cabo la totalidad de los análisis de calidad de agua indicados de acuerdo a las especificaciones y métodos de análisis de calidad de agua estandarizados, teniendo en cuenta los siguientes aspectos:

- Recolección de muestra

- Preservación de muestras
- Transporte de muestras
- Análisis de muestras de acuerdo a métodos estandarizados y entrega de reporte de resultados.

El laboratorio debe estar acreditado por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM, bajo los lineamientos de la norma NTC-ISO/IEC 17025 "Requisitos Generales de Competencia de Laboratorios de Ensayo y Calibración".

NORMAS Y ESTÁNDARES ATENER EN CUENTA

Para la ejecución de los trabajos el contratista se ceñirá a los lineamientos establecidos en los documentos:

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater Métodos EPA (Environmental Protection Agency)
- Métodos ASTM (American Society for Testing and Materials) Demás métodos analíticos avalados por IDEAM
- Guía para la vigilancia por laboratorio de Giardia y Cryptosporidium en muestras de agua, Instituto Nacional de Salud.

CANTIDAD DE VISITAS

CRONOGRAMA CANTIDAD DE VISITAS A REALIZAR					
FECHA TOMA DE MUESTRA	POTABLE - CONSUMO		CENTRO DE ENTRENAMIENTO ACUATICO	RESIDUAL	AGUA CRUDA
	<u>REPORTE ANUAL:</u>	<u>REPORTE MENSUAL:</u> De acuerdo al Decreto 1575 de 2007, Resoluciones 2115 de 2007, Resolución 811 de 2008 y GUÍA DE GESTIÓN AMBIENTAL	Resolución No. 1618 De 2010 (7 De mayo De 2010)	Decreto 1076 de 2015 ARTÍCULO 2.2.3.3.9.5. TRANSITORIO. Criterios de calidad para uso agrícola - RESOLUCIÓN 1256 DE 2021 Artículo 5. De los usos y los criterios mínimos de calidad - RESOLUCIÓN 1207 DEL 2014 RIEGO ARTICULO 7 - 631 /2015 ARTICULO 80	<u>REPORTE BIMESTRAL:</u> Resoluciones 2115 de 2007- Artículo 30°, Resolución Numero 1096 DE 2000 y GUÍA DE GESTIÓN AMBIENTAL
dic-24			1		1
ene-25		1		1	
feb-25	1	1			

mar-25		1			1
abr-25		1			
may-25		1	1		1
jun-25		1		1	
jul-25		1			1
ago-25		1			
TOTAL	1	8	2	2	4

ANEXO OFERTA ECONÓMICA			
LOTE 4: GRUPO AÉREO DEL CASANARE			
<p>Servicio Monitoreo de Calidad de Agua Vigencia 2024 (NO SUPERAR EL PRESUPUESTO OFICIAL DE \$ 672.160,00 SO PENA DE RECHAZO DE LA OFERTA)</p>			
ITEM	PARÁMETRO	CANT MUESTRAS POR VISITA	CANT. VISITAS
		(A)	(B)
1	CENTRO DE ENTRENAMIENTO ACUÁTICO.		
1.1	Cloro residual libre	1	1
1.2	Coliformes Totales	1	1
1.3	Hierro	1	1
1.4	Ph	1	1
1.5	Cloro total residual	1	1
1.6	Nitrogeno Amoniacal	1	1
1.7	Cobre	1	1
1.8	Pseudomonas Aeruginosa	1	1
1.9	Aluminio	1	1
1.10	Plata	1	1
1.11	Coliformes Fecales	1	1
			SUBTOTAL
2	AGUA CRUDA		
2.1	Turbiedad	1	1
2.2	Color aparente	1	1
2.3	PH	1	1

2.4	Cloro residual libre o residual del desinfectante usado	1	1
Servicio Monitoreo de Calidad de Agua Vigencia 2025 (NO SUPERAR EL PRESUPUESTO OFICIAL DE \$35.000.000,00 SO PENA DE RECHAZO DE LA OFERTA)			
ITEM	PARÁMETRO	CANT MUESTRAS POR VISITA	CANT. VISITAS
		(A)	(B)
1	AGUA CONSUMO		
1.1	Turbiedad	4	8
1.2	Color aparente	4	8
1.3	PH	4	8
1.4	Cloro Total Residual	4	8
1.5	Coliformes Totales	4	8
1.6	E. Coli	4	8
1.7	Conductividad	1	1
1.8	Antimonio	1	1
1.9	Arsénico	1	1
1.10	Bario	1	1
1.11	Cadmio	1	1
1.12	Cianuro Libre y Disociable	1	1
1.13	Cobre	1	1
1.14	Cromo Total	1	1
1.15	Mercurio	1	1
1.16	Níquel	1	1
1.17	Plomo	1	1
1.18	Selenio	1	1
1.19	Trihalometanos Totales	1	1
1.20	Hidrocarburos Aromáticos Policíclicos HAP	1	1
1.21	Carbono Orgánico Total (COT)	1	1
1.22	Nitritos	1	1
1.23	Nitratos	1	1
1.24	Fluoruros y residual de coagulante utilizado	1	1
1.25	Calcio	1	1
1.26	Alcalinidad Total	1	1
1.27	Cloruros	1	1

1.28	Aluminio	1	1
1.29	Tensoactivos	1	1
1.30	DBO	1	1
1.31	DQO	1	1
1.32	OD	1	1
1.33	Dureza Total	1	1
1.34	Hierro Total	1	1
1.35	Magnesio	1	1
1.36	Manganeso	1	1
1.37	Molibdeno	1	1
1.38	Sulfatos	1	1
1.39	Zinc	1	1
1.40	Fosfatos	1	1
1.41	Fosforo	1	1
1.42	Boro	1	1
1.43	Giardia y Criptosporidium	1	1
1.44	Virus	1	1
1.45	Olor y sabor	1	1
2.	CENTRO DE ENTRENAMIENTO ACUÁTICO.		
2.1	Cloro residual libre	1	1
2.2	Coliformes Totales	1	1
2.3	Conductividad Eléctrica a 25 °C	1	1
2.4	Hierro	1	1
2.5	Ph	1	1
2.6	Cloro total residual	1	1
2.7	Nitrogeno Amoniacal	1	1
2.8	Cobre	1	1
2.9	Pseudomonas Aeruginosa	1	1
2.10	Aluminio	1	1
2.11	Plata	1	1
2.12	Coliformes Fecales	1	1
3.	AGUA RESIDUAL		
PÁRAMETROS GENERALES			
3.1	PH	1	2
3.2	Demanda Química de Oxígeno (DQO)	1	2
3.3	Demanda Bioquímica de Oxígeno DBO (5 días)	1	2
3.4	Sólidos Suspendidos Totales (SST)	1	2
3.5	Sólidos Sedimentables (SSED)	1	2
3.6	Aceites y Grasas	1	2
3.7	Sustancias Activas al Azul de Metileno (SAAM)	1	2

3.8	Aluminio	1	2
3.9	Arsenico	1	2
3.10	Berilio	1	2
3.11	Cadmio	1	2
3.12	Cinc	1	2
3.13	Cobalto	1	2
3.14	Cobre	1	2
3.15	Cromo	1	2
3.16	Fluor	1	2
3.17	Hierro Total	1	2
3.18	Litio	1	2
3.19	Manganeso	1	2
3.20	Molibdeno	1	2
3.21	Niquel	1	2
3.22	Plomo	1	2
3.23	Selenio	1	2
3.24	Vanadio	1	2
3.25	Conductividad	1	2
3.26	Fenoles totales	1	2
3.27	Hidrocarburos Totales (HPT)	1	2
3.28	Cianuro Libre y Disociable	1	2
3.29	Cloruros	1	2
3.30	Fluoruros y residual de coagulante utilizado	1	2
3.31	Sulfatos	1	2
3.32	Mercurio	1	2
3.33	Sodio	1	2
3.34	Antimonio	1	2
3.35	Cloro Total Residual (con mínimo 30 minutos de contacto)	1	2
3.36	Ortofosfatos (P-PO43-)	1	2
3.37	Fósforo Total (P)	1	2
3.38	Nitratos (N-NO3-)	1	2
3.39	Nitritos (N-NO2-)	1	2
3.40	Nitrógeno Amoniacal (NNH3)	1	2
3.41	Nitrógeno Total (N)	1	2
3.42	Coliformes Termotolerantes	1	2
3.43	Entrecocos Fecales	1	2
3.44	Salmonella SP - Hemitos Parásitos - Protozoos Parásitos Humanos	1	2

3.45	Boro	1	2
3.46	Acidez Total	1	2
3.47	Alcalinidad Total	1	2
3.48	Dureza Total	1	2
4.	AGUA CRUDA		
4.1	Turbiedad	1	3
4.2	Color aparente	1	3
4.3	PH	1	3
4.4	Cloro residual libre o residual del desinfectante usado	1	3
4.9	Coliformes Totales	1	1
4.10	E. Coli	1	1
4.11	Coductividad	1	1
4.12	Antimonio	1	1
4.13	Arsenico	1	1
4.14	Bario	1	1
4.15	Cadmio	1	1
4.16	Cianuro Libre y Disociable	1	1
4.17	Cobre	1	1
4.18	Cromo Total	1	1
4.19	Mercurio	1	1
4.20	Niquel	1	1
4.21	Plomo	1	1
4.22	Selenio	1	1
4.23	Trihalometanos Totales	1	1
4.24	Hidrocaburos Aromaticos Policiclicos HAP	1	1
4.25	Carbono Organico Total (COT)	1	1
4.26	Nitritos	1	1
4.27	Nitratos	1	1
4.28	Fluoruros	1	1
4.29	Calcio	1	1
4.30	Alcalinidad Total	1	1
4.31	Cloruros	1	1
4.32	Aluminio	1	1
4.33	Tensoactivos	1	1
4.34	DBO	1	1
4.35	DQO	1	1
4.36	Oxígeno Disuelto (OD)	1	1
4.37	Dureza Total	1	1

4.38	Hierro Total	1	1
4.39	Magnesio	1	1
4.40	Manganeso	1	1
4.41	Molibdeno	1	1
4.42	Sulfatos	1	1
4.43	Zinc	1	1
4.44	Fosfatos	1	1
4.45	Fosforo	1	1
4.46	Boro	1	1
4.47	Giardia y Criptosporidium	1	1
4.48	Virus	1	1
4.49	Amoniaco	1	1
4.50	Compuestos fenólicos	1	1
4.51	Bifenil Policlorados	1	1
4.52	Plata	1	1
4.53	Coliformes Fecales	1	1

VIGENCIA 2024

1. CENTRO DE ENTRENAMIENTO ACUÁTICO.

1.1. CLORO RESIDUAL LIBRE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La cloración tanto en agua de abastecimiento como aguas contaminadas sirve principalmente para destruir o desactivar aquellos microorganismos que producen enfermedades, adicionalmente como beneficio en el agua potable, coadyuba a la mejora en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y otras sustancias orgánicas.

La concentración mínima detectable es aproximadamente 40 µg Cl como Cl₂/L si se usa sulfato de sodio (Na₂S₂O₃) 0.01N en este método.

RESUMEN: El principio de este método se basa en la reacción instantánea entre el cloro libre con el N,N-dietil-p-fenilendiamina (DFD) en ausencia de iones yoduro, reacciona en su forma reducida para producir el DFD oxidado de color rojo, el cual se vuelve a reducir valorando con sulfato ferroso amoniacal hasta que el color rojo desaparece. La adición posterior de yoduro de potasio actúa catalíticamente produciendo la liberación de cloro de las cloraminas el cual vuelve a ser valorado en el sistema DFD/Fe(II). La adición se realiza de manera gradual para poder determinar las fracciones correspondientes a mono, dicloraminas y tricloruro de nitrógeno. Cuando no se desee ninguna diferenciación entre las especies de Cloro es posible realizar una simplificación del método determinando clorototal.

INTERFERENCIAS:

- El dióxido de cloro (ClO₂) aparece con el cloro libre, en la proporción de hasta una quinta parte de su contenido total de cloro. Puede obtenerse una respuesta completa de ClO₂, correspondiente a su contenido total de cloro, si la muestra se acidifica primero en presencia del ion yoduro y subsecuentemente se lleva a un pH aproximadamente neutro por adición de Bicarbonato.
- El bromo, bromamina y yodo reaccionan con la disolución indicadora de DFD y aparece con el cloro libre. Si se adiciona la disolución de glicina antes de la determinación del cloro libre, éste se convierte en formas no reactivas, quedando nuevamente el bromo y yodo para la reacción con la disolución de DFD. La resta de estos residuos de la medición residual sin glicina permite la diferenciación de cloro libre de bromo y yodo.
- La interferencia más significativa encontrada en el agua es el manganeso oxidado. Para corregir esta interferencia se debe poner 5 mL de disolución amortiguadora y 0,5 mL de disolución de arsenito de sodio en el matraz de titulación, añadir 100 mL de muestra y mezclar. Añadir 5 mL de la solución indicadora DFD mezclar y titular con titulante SAF hasta que desaparezca el color rojo, restar este valor a la lectura de cloro libre. Como alternativa se puede usar tioacetamida 0,25 % añadiendo 0,5 mL a cada 100 mL de muestra.
- Hay interferencias por cobre en concentraciones mayores a 10 mg Cu/L, esto se evita adicionando EDTA a los reactivos. El cromato en concentraciones mayores a 2 mg/L también causa interferencia, añadir cloruro de bario para enmascarar esta interferencia por precipitación.
- Dado que se utilizan altas concentraciones de yoduro para medir el cloro combinado y las trazas de yoduro incrementan notablemente la interferencia de cloramina durante las mediciones de cloro libre, evitar la contaminación de yoduro lavando el material de vidrio entre cada muestra o usando material separado.

- Control del pH. Para obtener resultados precisos, es esencial tener cuidado en el control del pH. Un pH apropiado es aquel que está entre 6,2 a 6,5 dado que el cambiobrusco de la coloración permite una mejor apreciación del punto final de la titulación. Un pH demasiado bajo en el primer paso tiende a hacer que la monoclaramina aparezca en el paso de cloro libre y la dicloramina en el paso de monoclaramina. Un pH demasiado alto causa que el Oxígeno disuelto aporte color.
- Control de la temperatura. En todos los métodos de diferenciación de cloro libre y las cloraminas, las temperaturas altas incrementan la tendencia de las cloraminas a reaccionar y dirigir un incremento aparente de los resultados de cloro libre. Las temperaturas altas incrementan también la desaparición del color.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- Deben colectarse al menos 500 mL de muestra en un frasco de vidrio o polietileno.
- El análisis de cloro residual debe de hacerse inmediatamente después de que la muestra es colectada evitando exceso de luz y agitación.
- Las muestras no deben ser almacenadas para su posterior análisis.

1.2 COLIFORMES TOTALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La presencia de *Escherichia Coli* es un indicador de contaminación fecal y posible presencia de patógenos entéricos. Este organismo habita normalmente en el tracto digestivo de los animales de sangre caliente, y en agua o suelo se encuentra a causa de una contaminación fecal. Los coliformes fecales por su parte pueden provenir de suelo y superficies de agua dulce, por lo tanto, no siempre son intestinales. La presencia de estos microorganismos indica fallas en el tratamiento, sea de agua potable o residual.

RESUMEN: La filtración por membrana es el mecanismo mediante el cual se atrapan en la superficie de la membrana microorganismos cuyo tamaño es mayor que el tamaño del poro 0.45 μm , esto gracias a que una bomba eléctrica ejerce una presión diferencial sobre la muestra de agua haciendo que se filtre. Los contaminantes de tamaño menor que el específico del poro atraviesan la membrana o se quedan retenidos en su interior, las bacterias quedan en la superficie de la membrana y luego ésta es llevada a un medio de enriquecimiento selectivo.

INTERFERENCIAS

- 1.2.1 Lavado de material ineficiente.
- 1.2.2 Fallas en el proceso de esterilización de material.
- 1.2.3 Ambientes contaminados que afecten las muestras.
- 1.2.4 Procedimientos inadecuados de la siembra.
- 1.2.5 Fallas en la toma y transporte de la muestra.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El recipiente requerido es botellas de vidrio, esterilizables con capacidad no menor a 100 mL con preservante (tiosulfato de sodio y/o EDTA) si lo requiere. El volumen mínimo para análisis microbiológico es de 100 mL.

Para análisis bacteriológico se toma la muestra directamente sin realizar purga del recipiente, teniendo en cuenta no llenar el recipiente completamente, con la precaución de dejar una cámara de aire dentro de él; el recipiente bacteriológico y su tapa, no deben tocar ninguna superficie contaminada, ya que esto podría alterar el resultado. Se llena el recipiente hasta la cantidad deseada, se tapa y se coloca el material protector de la tapa (papel o tela) ajustado con una cuerda.

Cuando se hagan tomas de ríos, corrientes, lagos, pantanos, fuentes o pozos se obtendrán muestras

representativas, no es conveniente tomar muestras demasiado cerca de la orilla o demasiado lejos del punto de extracción ni a una profundidad superior o inferior a la de dicho punto, en estos puntos se puede hacer uso de una cuerda o un nylon que se amarra a la botella y se descargue con la boca hacia abajo.

Después de recolectadas las muestras deben ser llevadas al laboratorio lo más rápido posible. Si no es posible el análisis en el lapso de 24 horas después del muestreo, se debe refrigerar a una temperatura entre 2°C. Se reduce al mínimo la posibilidad de cambio durante el almacenamiento y transporte de las muestras. Se evita la exposición a la luz solar directa. Es conveniente asegurar que los recipientes se mantengan en posición vertical y que el líquido de muestra no se derrame, igualmente el instrumento que se emplea como refrigerante no debe entrar en contacto con la muestra para evitar su posible contaminación. La nevera de transporte debe contener hielos que mantengan la temperatura de refrigeración, estas deben estar limpias y en lo posible desinfectadas para evitar una fuente de contaminación.

1.3 HIERRO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: el hierro junto con el manganeso son elementos que generalmente se encuentran en el agua y especialmente en el agua subterránea, dándole al agua sabor, olor y color indeseable. El hierro puede causar manchas en ropa, accesorios de plomería y concreto. Los depósitos de hierro se acumulan en cañerías, tanques de presión, calentadores de agua y equipo ablandador de agua. La espectrometría de absorción atómica de llama es un método aplicable a la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, paladio, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirige a través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llama. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

- Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.
- Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se producen tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio lavado con solución 1 a 1 de HNO₃.
- Recolectar una muestra de al menos 1000ml.
- Acidificar la muestra a pH<2 con HNO₃.
- El tiempo máximo de preservación es de 6 meses.

1.4 PH

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El método 9040 se usa para medir el pH de residuos acuosos y aquellos residuos donde la fase acuosa constituye al menos el 20% del volumen total del residuo. La corrosividad de ácidos

y bases concentradas, o de estos mezclados con sustancias inertes, no puede medirse. La medición del pH requiere algún contenido de agua.

RESUMEN: El pH de una muestra es determinado electrométicamente usando un electrodo de vidrio en combinación con un potencial de referencia o un electrodo de combinación. El dispositivo de medición es calibrado usando una serie de soluciones estándares de pH conocido.

INTERFERENCIAS:

1.4.1 Los efectos de la temperatura en la determinación electrométrica del pH provienen de dos fuentes. La primera es causada por el cambio en la señal de salida del electrodo a varias temperaturas, esta interferencia debe controlarse con instrumentos utilizando un compensador de temperatura o calibrando el sistema (electrodo- medidor) a la temperatura de las muestras. La segunda fuente de los efectos de la temperatura en la variación del pH se debe a los cambios de temperatura en la muestra, este error depende de la muestra y no puede controlarse. Por lo tanto, debe reportarse la temperatura y el pH de la muestra en el momento del análisis.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

1.4.2 Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las

autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.

1.4.3 Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible, en un tiempo menor de 0.25h.

1.4.4 Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

1.5 CLORO TOTAL RESIDUAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La cloración tanto en agua de abastecimiento como aguas contaminadas sirve principalmente para destruir o desactivar aquellos microorganismos que producen enfermedades, adicionalmente como beneficio en el agua potable, coadyuba a la mejora en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y otras sustancias orgánicas.

RESUMEN: el cloro se usa como desinfectante, tanto para aguas de abastecimiento como para aguas contaminadas para garantizar la desactivación de los microorganismos evitando así la generación de enfermedades en el caso del agua potable y la mejora de la calidad vertida a las fuentes receptoras en el caso de las aguas residuales o servidas. La concentración de cloro disminuye con el tiempo a causa de su consumo por la destrucción de los microorganismos.

INTERFERENCIAS:

1.5.1 Formas oxidadas de manganeso y otros agentes oxidantes.

1.5.2 Los agentes reductores como los sulfuros orgánicos.

1.5.3 Aunque la valoración neutra minimiza el efecto de interferencia de los iones férrico y nitrito, se prefiere la valoración ácida porque algunas formas de cloro combinado no reaccionan a pH 7.

1.5.4 Utilizar sólo ácido acético para la valoración ácida; el ácido sulfúrico (H₂SO₄) aumentará las interferencias; nunca use ácido clorhídrico (HCl).

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El cloro en solución acuosa no es estable y el contenido de cloro de las muestras o soluciones, particularmente las soluciones débiles, disminuirá rápidamente. La exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro. Por lo tanto, inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesivas. No almacene muestras para analizarlas en busca de cloro.

1.6 NITRÓGENO AMONIAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Este método describe el procedimiento para determinar el nitrógeno amoniacal y nitrógeno Kjendahl total (NKT) en agua residuales domésticas, en este último convierten compuestos nitrogenados de origen biológico tales como aminoácidos, proteínas y péptidos a amonio.

RESÚMEN DEL MÉTODO: El amoníaco de la muestra es separado por destilación. El amoníaco liberado es capturado en una solución de ácido bórico. Se emplea este procedimiento para concentraciones de NH₃-N superiores a 5 mg/L.

INTERFERENCIAS

1.6.1 La glicina urea, ácido glutámico, cianatos y acetamida se hidrolizan muy lentamente en solución o reposo, pero solo la urea y los cianatos producirán la hidrólisis en la destilación a pH 9.5.

Los compuestos alcalinos volátiles, como la hidracina y las aminas, influirán en los resultados título métricos.

1.6.2 Cloro residual, debe ser removido por pre-tratamiento de la muestra con tiosulfato desodio antes de la destilación.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

1.6.3 Se obtienen resultados más fiables con muestra recientes. Destruyase el cloro residual después de obtener las muestras para impedir su reacción con el amoníaco.

1.6.4 Si no es posible un análisis rápido, consérvese la muestra con 0.8 ml de H₂SO₄ conc./L de muestra a 4°C. El pH de las muestras conservadas con ácido debe estar comprendido entre 1.5 y 2. Si se utiliza la conservación con ácido, neutralícense las muestras con NaOH o KOH inmediatamente antes de hacer la determinación.

1.7 COBRE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El cobre es un metal ampliamente usado en la industria, incluso en los procesos de tratamiento de agua potable, pesticidas, fungicidas y alguicidas, lo que genera su presencia no solo en agua y suelo, sino en vegetales y animales acuáticos, lo que puede ocasionar incluso sobrecarga de la cadena nutricional. La espectrometría de absorción atómica de llama es un método aplicable a la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, paladio, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirigea través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

1.7.1 Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

1.7.2 Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

1.7.2.1 La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio lavados con solución 1 a 1 de HNO₃.

1.7.2.2 Tomar mínimo 1000ml de muestra

1.7.2.3 Acidificar a pH<2 con HNO₃

1.7.2.4 Refrigerar la muestra a <6 °C

1.7.2.5 El tiempo de preservación de la muestra es de 24 horas a 6 meses.

1.8 PSEUDOMONA AERUGINOSA

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La pseudomona aeruginosa es una bacteria gran-negativa aeróbica, es un patógeno oportunista tanto en humanos como en plantas, es un microorganismo capaz de nutrirse de hidrocarburos, causando corrosión microbiana. Infecta los pulmones y las vías respiratorias, las vías urinarias, tejidos y causa sepsis, puede ocasionar neumonías. La bacteria es capaz de multiplicarse y sobrevivir en aguas tratadas debido a la densa capa polisacárida que hace las veces de barrera química y protege a la bacteria del cloro residual libre.

RESUMEN: La filtración por membrana es el mecanismo mediante el cual se atrapan en la superficie de la membrana microorganismos cuyo tamaño es mayor que el tamaño del poro 0.45 um, esto gracias a que una bomba eléctrica ejerce una presión diferencial sobre la muestra de agua haciendo que se filtre. Los contaminantes de tamaño menor que el específico del poro atraviesan la membrana o se quedan retenidos en su interior, las bacterias quedan en la superficie de la membrana y luego está es llevada a un medio de enriquecimiento selectivo.

INTERFERENCIAS

- 1.8.1 Lavado de material ineficiente.
- 1.8.2 Fallas en el proceso de esterilización de material.
- 1.8.3 Ambientes contaminados que afecten las muestras.
- 1.8.4 Procedimientos inadecuados de la siembra.
- 1.8.5 Fallas en la toma y transporte de la muestra.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El recipiente requerido es botellas de vidrio, esterilizables con capacidad no menor a 100 mL con preservante (tiosulfato de sodio y/o EDTA) si lo requiere. El volumen mínimo para análisis microbiológico es de 100 mL.

Para análisis bacteriológico se toma la muestra directamente sin realizar purga del recipiente, teniendo en cuenta no llenar el recipiente completamente, con la precaución de dejar una cámara de aire dentro de él; el recipiente bacteriológico y su tapa, no deben tocar ninguna superficie contaminada, ya que esto podría alterar el resultado. Se llena el recipiente hasta la cantidad deseada, se tapa y se coloca el material protector de la tapa (papel o tela) ajustado con una cuerda.

Cuando se hagan tomas de ríos, corrientes, lagos, pantanos, fuentes o pozos se obtendrán muestras representativas, no es conveniente tomar muestras demasiado cerca de la orilla o demasiado lejos del punto de extracción ni a una profundidad superior o inferior a la de dicho punto, en estos puntos se puede hacer uso de una cuerda o un nylon que se amarrea la botella y se descargue con la boca hacia abajo.

Después de recolectadas las muestras deben ser llevadas al laboratorio lo más rápido posible. Si no es posible el análisis en el lapso de 24 horas después del muestreo, se debe refrigerar a una temperatura entre 2°C. Se reduce al mínimo la posibilidad de cambio durante el almacenamiento y transporte de las muestras. Se evita la exposición a la luz solar directa. Es conveniente asegurar que los recipientes se mantengan en posición vertical y que el líquido de muestra no se derrame, igualmente el instrumento que se emplea como

refrigerante no debe entrar en contacto con la muestra para evitar su posible contaminación. La nevera de transporte debe contener hielos que mantengan la temperatura de refrigeración, estas deben estar limpias y en lo posible desinfectadas para evitar una fuente de contaminación.

1.9 ALUMINIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El aluminio es un componente natural de aguas superficiales y subterráneas, adicionalmente el sulfato de aluminio es empleado ampliamente como agente floculante en el tratamiento de agua potable, su contenido en el agua potable en alta concentración genera negativo aspecto visual y sabor al agua. Es considerado no tóxico y no se ha reportado efectos adversos en la salud por causa de consumo o exposición al aluminio. El método directo de llama de óxido nitroso-acetileno es aplicable a la determinación de aluminio, bario, berilio, calcio, molibdeno, osmio, renio, silicio, torio, titanio y vanadio.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirigea través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS

1.9.1 Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

1.9.2 Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

1.10 PLATA

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Es un elemento metálico que como mineral es altamente deseado para joyería, componentes electrónicos, entre otras aplicaciones, además de emplearse como desinfectante en el tratamiento de agua. El efecto conocido en la salud humana es la generación de argiria por exposición a bajas concentraciones de plata. La espectrometría de absorción atómica de llama es un método aplicable a la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, paladio, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirigea través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica

absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

1.10.1 Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

1.10.2 Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

1.10.3 La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio borosilicato.

1.10.4 Recolectar un volumen de muestra de 1000ml.

1.10.5 Acidificar a pH<2 con ácido nítrico.

1.10.6 Tiempo máximo de preservación 1 mes.

1.11 COLIFORMES FECALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La presencia de *Escherichia Coli* es un indicador de contaminación fecal y posible presencia de patógenos entéricos. Este organismo habita normalmente en el tracto digestivo de los animales de sangre caliente, y en agua o suelo se encuentra a causa de una contaminación fecal. Los coliformes fecales por su parte pueden provenir de suelo y superficies de agua dulce, por lo tanto, no siempre son intestinales. La presencia de estos microorganismos indica fallas en el tratamiento, sea de agua potable o residual.

RESUMEN: La filtración por membrana es el mecanismo mediante el cual se atrapan en la superficie de la membrana microorganismos cuyo tamaño es mayor que el tamaño del poro 0.45 µm, esto gracias a que una bomba eléctrica ejerce una presión diferencial sobre la muestra de agua haciendo que se filtre. Los contaminantes de tamaño menor que el específico del poro atraviesan la membrana o se quedan retenidos en su interior, las bacterias quedan en la superficie de la membrana y luego ésta es llevada a un medio de enriquecimiento selectivo.

INTERFERENCIAS

1.11.1 Lavado de material ineficiente.

1.11.2 Fallas en el proceso de esterilización de material.

1.11.3 Ambientes contaminados que afecten las muestras.

1.11.4 Procedimientos inadecuados de la siembra.

1.11.5 Fallas en la toma y transporte de la muestra.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El recipiente requerido es botellas de vidrio, esterilizables con capacidad no menor a 100 mL con preservante (tiosulfato de sodio y/o EDTA) si lo requiere. El volumen mínimo para análisis microbiológico es de 100 mL.

Para análisis bacteriológico se toma la muestra directamente sin realizar purga del recipiente, teniendo en cuenta no llenar el recipiente completamente, con la precaución de dejar una cámara de aire dentro de él; el recipiente bacteriológico y su tapa, no deben tocar ninguna superficie contaminada, ya que esto podría alterar el resultado. Se llena el recipiente hasta la cantidad deseada, se tapa y se coloca el material protector de la tapa (papel o tela) ajustado con una cuerda.

Cuando se hagan tomas de ríos, corrientes, lagos, pantanos, fuentes o pozos se obtendrán muestras representativas, no es conveniente tomar muestras demasiado cerca de la orilla o demasiado lejos del punto de extracción ni a una profundidad superior o inferior a la de dicho punto, en estos puntos se puede hacer uso de una cuerda o un nylon que se amarra a la botella y se descarga con la boca hacia abajo.

Después de recolectadas las muestras deben ser llevadas al laboratorio lo más rápido posible. Si no es posible el análisis en el lapso de 24 horas después del muestreo, se debe refrigerar a una temperatura entre 2°C. Se reduce al mínimo la posibilidad de cambio durante el almacenamiento y transporte de las muestras. Se evita la exposición a la luz solar directa. Es conveniente asegurar que los recipientes se mantengan en posición vertical y que el líquido de muestra no se derrame, igualmente el instrumento que se emplea como refrigerante no debe entrar en contacto con la muestra para evitar su posible contaminación. La nevera de transporte debe contener hielos.

2. AGUA DE CRUDA

2.1. TURBIEDAD

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: los nefelómetros electrónicos son los instrumentos preferidos para la medición de la turbidez del agua, la cual es causada por materia en suspensión y coloidal como arcilla, limo, materia orgánica e inorgánica finamente dividida y plancton y otros organismos microscópicos. Consiste en la medida de la dispersión y absorción de la luz que ejercen las partículas presentes en el agua, dificultando la transmisión de la misma sin cambio en la dirección y nivel de flujo a través de la muestra.

RESUMEN: El método consiste en la comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra respecto a la intensidad de la luz dispersada por una suspensión estándar de referencia en iguales condiciones. Cuando mayor sea la intensidad de la luz dispersada, mayor la turbiedad.

INTERFERENCIAS:

- La turbidez se puede determinar para cualquier muestra de agua la cual esté libre de desechos y sedimentos gruesos de sedimentación rápida
- Cristalería sucia
- Presencia de burbujas de aire que dan falsos resultados.
- El color verdadero, causado por sustancias disueltas que absorben la luz generan que la turbidez medida sea baja, sin embargo, en el agua tratada, este efecto no es significativo.

EQUIPOS Y MATERIALES

- Nefelómetro de laboratorio o de proceso, el cual es la fuente de luz para iluminar la muestra y uno o más detectores fotoeléctricos con un dispositivo de lectura para indicar la intensidad de la luz dispersa a un ángulo de 90° de la luz incidente. La sensibilidad del aparato debe permitir detectar diferencias de turbidez de 0.02 NTU, se pueden requerir varios rangos para la cobertura adecuada y sensibilidad suficiente para turbidez baja. Tener en cuenta que se cuenta con:
 - Lámpara de filamento de tungsteno que funcione a temperatura de color entre 2200y 3000°K
 - Distancia total recorrida por la luz incidente y dispersa dentro del tubo de máximo 10cm.
 - Ángulo de aceptación de la luz por el detector centrado a 90° con respecto a la trayectoria de la luz incidente y no exceder $\pm 30^\circ$ desde 90° .
- Celdas para muestra: deben ser celdas o tubos de vidrio o plástico transparente e incoloro, las cuales se deben limpiar minuciosamente tanto por dentro como por fuera, desecharlas si están rayadas o grabadas. Nunca manejarlos donde el haz de luz del instrumento los incidirá, se deben utilizar tubos lo suficientemente largos o con funda protectora que permita su correcta manipulación. Al llenar las celdas con muestra o estándar se deben agitar y dejar el tiempo necesario para que escapen las burbujas.
- Lavar las celdas o tubos con jabón de laboratorio por dentro y por fuera, luego lavar con agua destilada y dejar que sequen al aire, se deben manipular solo de la parte superior, evitando suciedad y huellas dactilares. Se puede emplear aceite de silicona con el mismo índice de refracción del vidrio, pero no en abundante cantidad pues puede atraer suciedad y contaminar la muestra, este se debe esparcir con un paño suave que no suelte pelusa.
- Emplear pares de celdas coincidentes o la misma celda para la estandarización y la medición de muestra para evitar interferencia en la medición.

REACTIVOS

- Agua de dilución: el agua de alta pureza provocará cierta dispersión de luz, detectada por el equipo como turbidez, para obtener agua de baja turbidez para diluciones (valor nominal 0.02 NTU) se debe pasar agua de grado reactivo de laboratorio a través de un filtro con tamaño de poro que elimine partículas mayores de $0.1\mu\text{m}$; o hacer uso de aguas desmineralizadas con poca turbidez.
- Suspensión estándar primaria de formazina:

- Solución I: disuelva 1000 g de sulfato de hidracina en agua destilada y diluir a 100mL en un matraz aforado.

- Solución II: disuelva 10 g de hezametilentetramina en agua destilada y diluir a 100mL en un matraz aforado.

- En un matraz mezcle 5 mL de solución I y 5 mL de solución II, dejar reposar 24 h a $\pm 3^{\circ}\text{C}$. Se obtiene una suspensión de 4000 NTU, la cual se debe transferir a un vaso ámbar que bloquee la luz UV para almacenamiento.

- □ Diluir suspensiones de turbidez: diluir la suspensión estándar de 4000NTU con agua de dilución de alta calidad, prepararla inmediatamente antes de usar.

- Estándares secundarios: son aquellos estándares que el fabricante ha certificado, proporcionan resultados de calibración de los instrumentos equivalentes a los resultados obtenidos con el estándar. Dentro de esto se encuentran suspensiones de stock comercial de formazina de 4000NTU, suspensiones de microesferas de copolímero de estireno-divilbenceno y artículos suministrados por el fabricante como celdas con suspensión de látex o con partículas de óxido metálico en un gel de polímero. Se recomienda usar suspensiones específicas del tipo de nefelómetro utilizado

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

Se debe determinar la turbidez lo antes posible después de tomar la muestra, para obtener los mejores resultados, sin alterar las condiciones originales de la muestra, como la temperatura o el pH. Agite suavemente todas las muestras antes del examen para garantizar una medición representativa. La conservación de la muestra no es práctica; sin embargo, si es necesaria, refrigere o enfíe a 4°C , para minimizar la descomposición microbiológica de sólidos.

PROCEDIMIENTO

- Técnicas generales de medición: es importante prestar atención a las técnicas de medición adecuadas independientemente del instrumento utilizado. Mida la turbidez inmediatamente para evitar cambio de temperatura, floculación y sedimentación de partículas que cambien las características de la muestra. Evite la dilución siempre que sea posible, elimine aire u otros gases atrapados en la muestra antes de realizar la medición. No elimine las burbujas de aire dejando la muestra en reposo, pues las partículas pueden asentarse y la temperatura de la muestra puede cambiar.

- Calibración del Nefelómetro: siguiendo las instrucciones del fabricante, midiendo al menos un estándar en cada uno de los rangos de medición a utilizar, asegurándose que el equipo de medidas estables en todos los rangos de sensibilidad. Se debe ser cuidadoso en la manipulación de las celdas, desgasificación y tratamiento para la condensación en las celdas.

- Medición de la turbidez: Agite suavemente la muestra, espere a que desaparezcan las burbujas y vierta la muestra en la celda, introduzca la celda en el nefelómetro y lea la turbidez de la misma. Reporte la turbidez de la siguiente manera

RANGO DE TURBIDEZ NTU	REPORTE AL MAS CERCANO NTU
0-1.0	0.05
1-10	0.1
10-40	1
40-100	5
100-400	10
400-1000	50
>1000	100

- ▢ Calibración de monitores continuos de turbidez: realice calibración continua con patrón primario de formazina o patrón secundario apropiado.

CONTROL DE CALIDAD

- ▢ Realice una buena limpieza de las celdas con aceite de silicona.
- ▢ Agite la muestra antes de realizar la medición y verifique que al verterla en la celda no se generen burbujas que interfieran en la medición.
- ▢ Realice calibración del equipo de acuerdo a las indicaciones del fabricante con periodicidad con el estándar indicado.

2.2. COLOR APARENTE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El color es el resultado de la presencia de iones metálicos naturales (hierro y manganeso), humus, plancton, malezas y otros desechos, el color aparente se refiere no solo al color por sustancias en solución sino el debido a materia en suspensión. Se determina en la muestra original sin filtración ni centrifugación.

El método platino-cobalto es útil para medir el color del agua potable y de aquella en la que el color se debe a materiales naturales, no es aplicable para aguas residuales industriales muy coloreadas.

RESUMEN: Se determina mediante la comparación visual de la muestra con concentraciones de soluciones coloreadas, la comparación también se puede hacer con discos de color de vidrio especiales y calibrados.

El método estándar es la medición del color platino-cobalto, siendo la unidad de color 1 mg de platino/L en forma de ion cloroplatinato. La proporción platino-cobalto se puede variar para igualar el tono en casos especiales.

INTERFERENCIAS

- La turbidez hace que el color aparente sea más alto que el color verdadero, por lo tanto, si la medición es de color real, se debe eliminar la turbidez mediante centrifugación durante 1 hora o filtración, antes de realizar la lectura.

El color del agua depende en gran medida del pH del agua y aumenta a medida que el pH aumenta. Indicar el pH al que se determina el color.

B= mL de muestra tomada para dilución.

Reporte los resultados de color en números enteros y regístrelos así:

UNIDADES DE COLOR	REGISTRAR AL MAS CERCANO
1-50	1

51-100	5
101-250	10
251-500	20

CONTROL DE CALIDAD

- Proteger los estándares contra la evaporación y contaminación cuando no estén en uso.

Para realizar la comparación para definir el color de la muestra, tome los tubos mirando verticalmente hacia abajo a través de los tubos hacia una superficie blanca colocada de tal manera que la luz se refleje hacia arriba a través de las columnas de líquido.

2.3. PH

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El método 9040 se usa para medir el pH de residuos acuosos y aquellos residuos donde la fase acuosa constituye al menos el 20% del volumen total del residuo. La corrosividad de ácidos y bases concentradas, o de estos mezclados con sustancias inertes, no puede medirse. La medición del pH requiere algún contenido de agua.

RESUMEN: El pH de una muestra es determinado electrométicamente usando un electrodo de vidrio en combinación con un potencial de referencia o un electrodo de combinación. El dispositivo de medición es calibrado usando una serie de soluciones estándares de pH conocido.

INTERFERENCIAS:

2.3.1. El electrodo de vidrio, en general, no está sujeto a interferencias de la solución como el color, la turbiedad, la materia coloidal, los oxidantes, los reductores, o la salinidad moderada (solución molar <0.1).

2.3.2. Los errores por sodio a niveles de pH mayores a 10 pueden reducirse o eliminarse usando electrodos con bajo error por sodio.

2.3.3. Los recubrimientos del material aceitoso o el material particulado pueden alterarla respuesta del electrodo. Dichos recubrimientos pueden usualmente removerse mediante un lavado suave o un lavado con detergente, seguido de un enjuague con agua destilada. Un tratamiento con ácido clorhídrico (1:10) puede necesitarse para remover cualquier película remanente.

2.3.4. Los efectos de la temperatura en la determinación electrométrica del pH provienen de dos fuentes. La primera es causada por el cambio en la señal de salida del electrodo a varias temperaturas. Esta interferencia debe controlarse con instrumentos utilizando un compensador de temperatura o calibrando el sistema (electrodo- medidor) a la temperatura de las muestras. La segunda fuente de los efectos de la temperatura en la variación cambio del pH se debe a los cambios de temperatura en la muestra. Este error depende de la muestra y no puede controlarse. Por lo tanto, debe reportarse la temperatura y el pH de la muestra en el momento del análisis.

EQUIPOS Y MATERIALES

2.3.5. pH-metro: Modelo de campo o de laboratorio. Varios instrumentos están disponibles en el mercado con variedad de especificaciones y equipos opcionales.

2.3.6. Electrodo de vidrio.

2.3.7. Electrodo de referencia: Puede usarse un electrodo de cloruro de plata-plata u otra referencia con potencial constante.

- 2.3.8. NOTA: Es conveniente usar e incorporar electrodos combinados de medición y referencia. Dichos electrodos se encuentran disponibles en el mercado con materiales de llenado sólidos o de tipo gel, además dichos electrodos requieren un mínimo mantenimiento.
- 2.3.9. Agitador magnético y barra de agitación con recubrimiento de teflón.
- 2.3.10. Termómetro y/o sensor de temperatura para compensación automática.
- 2.3.11. Soluciones tampón para calibración.

REACTIVOS

- 2.3.12. Deben usarse reactivos de calidad analítica en todas las pruebas. A menos que se de alguna indicación, todos los reactivos a usar deben estar de acuerdo con las especificaciones dadas por el Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Americana de Química, donde tales especificaciones están disponibles. Otras clasificaciones pueden usarse, siempre y cuando el reactivo tenga la pureza necesaria para permitir su uso sin disminuir la precisión en la determinación.
- 2.3.13. Sales estándares tampones primarias se encuentran disponibles en el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST) y pueden usarse en situaciones donde se requiere una alta precisión. La preparación de las soluciones de referencia de dicha requiere de precauciones especiales tales como usar agua de dilución para baja conductividad, usar hornos de secado y usar gas de purga libre de dióxido de carbono. Dichas soluciones deben remplazarse al menos una vez por mes.
- 2.3.14. Soluciones tampones estándares secundarias pueden prepararse de las sales de la NIST o adquirirse de vendedores comerciales de soluciones. Dichas soluciones comerciales se han validado al compararlas con las sales de la NIST y son recomendadas para un uso rutinario.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO 1.3.15.

- 1.3.16. Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.
- 1.3.17. Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible.
- 1.3.18. Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

PROCEDIMIENTO

a) CALIBRACIÓN:

- 1.3.19. A causa de la gran variedad de pH-metros y accesorios, procedimientos detallados de operación de operación que pueden incluirse en este método. Cada análisis debe reportarse con la operación de cada sistema y particularmente con todas las funciones de los instrumentos. Se recomienda prestar especial atención al cuidado de los electrodos.

Cada instrumento o sistema de electrodos debe calibrarse con un mínimo de dos puntos que soporten el pH esperado de las muestras y que estén separados entre sí tres unidades de pH o más. (Para la caracterización de la corrosividad, la calibración del pH-metro debe incluir una solución tampón de pH 2 para residuos ácidos y una solución tampón de pH 12 para residuos cáusticos; también, para la caracterización de la corrosividad, la muestra debe medirse a $25 \pm 1^\circ\text{C}$ si el pH del residuo es mayor a 12.). Varios diseños de instrumentos pueden incluir el uso de un dial (para "balancear" o "estandarizar") o de un ajuste de pendiente, de acuerdo con las instrucciones que señale el fabricante. Realizar ajustes repetitivos en porciones sucesivas de las dos soluciones

tampones hasta que las lecturas obtenidas estén dentro de un rango de ± 0.05 unidades de pH del valor de la solución tampón.

1.3.20. Colocar la muestra o la solución tampón en un beaker de vidrio limpio usando el suficiente volumen de tal forma que cubra totalmente el sensor del electrodo. Colocar el electrodo de tal forma que no interfiera el movimiento de la barra de agitación magnética. Si se está tomando una medición en campo, los electrodos deben sumergirse en la corriente de muestreo a una adecuada profundidad. Los electrodos deben agitarse de tal forma que se asegure que la muestra se mueva alrededor del sensor de cada electrodo. Un indicativo de lo anterior es obtener lecturas con diferencias menores a 0.1 unidades de pH entre los duplicados.

1.3.21. Si la temperatura de la muestra difiere en más de 2°C de la temperatura de la solución tampón, la medida del pH debe corregirse. Los instrumentos están equipados con compensadores manuales o automáticos que ajustan electrónicamente las diferencias de medida debidas a los cambios en temperatura. Referirse a las especificaciones del fabricante.

1.3.22. Enjuagar completamente y limpiar suavemente los electrodos antes de cada medición del pH de las muestras. Sumergir los electrodos dentro del beaker con la muestra o en la corriente de muestreo y agitar suavemente a una tasa constante para lograr una buena homogenización y mantener los sólidos en suspensión. Anotar y registrar el pH y la temperatura de la muestra. Repetir las mediciones con alícuotas sucesivas de muestra hasta obtener valores que difieran en menos de 0.1 unidades de pH. Dos o tres cambios de volumen son por lo general suficientes.

b) PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y MEDIDA DEL pH

1.3.23. Pese 20g de muestra en un beaker de 50ml adicione 50 ml de agua de ionizada, cubra y agite por cinco minutos.

1.3.24. Si la temperatura difiere por más de 2°C de la solución buffer, la medida del valor del pH debe ser corregida.

CONTROL DE CALIDAD

1.3.25. Referirse al capítulo 1 del manual EPA SW-846.

1.3.26. Los electrodos deben limpiarse con agua destilada entre muestra y muestra.

2.4. CLORO TOTAL RESIDUAL LIBRE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La cloración tanto en agua de abastecimiento como aguas contaminadas sirve principalmente para destruir o desactivar aquellos microorganismos que producen enfermedades, adicionalmente como beneficio en el agua potable, coadyuva a la mejora en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y otras sustancias orgánicas.

La concentración mínima detectable es aproximadamente $40\text{ }\mu\text{g Cl como Cl}_2/\text{L}$ si se usa sulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.01N en este método.

RESUMEN: el cloro liberará yodo libre de las soluciones de yoduro de potasio (KI) a pH 8 o menos. El yodo liberado se titula con una solución estándar de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) con almidón como indicador.

Valorar a pH 3 a 4 porque la reacción no es estequiométrica a pH neutro debido a la oxidación parcial del tiosulfato a sulfato.

INTERFERENCIAS:

- Formas oxidadas de manganeso y otros agentes oxidantes.
- Los agentes reductores como los sulfuros orgánicos.
- Aunque la valoración neutra minimiza el efecto de interferencia de los iones férrico y nitrito, se prefiere la valoración ácida porque algunas formas de cloro combinado no reaccionan a pH 7.
- Utilizar sólo ácido acético para la valoración ácida; el ácido sulfúrico (H₂SO₄) aumentará las interferencias; nunca use ácido clorhídrico (HCl).

EQUIPOS Y MATERIALES:

- Matraz
- Cacerola de porcelana blanca
- Bureta
- Agitadores magnéticos
- Agitador de vidrio

REACTIVOS:

- Ácido acético.
- Cristales de Yoduro de potasio, KI.
- Tiosulfato de sodio estándar, 0.1N: disolver 25g de Na₂S₂O₃·5H₂O en 1L de agua destilada recién hervida y estandarizar contra el bi-yodato de potasio o el dicromato de potasio después de por lo menos 2 semanas de almacenamiento. Este almacenamiento inicial es necesario para permitir la oxidación de cualquier ion bisulfito presente. Usar agua destilada hervida y agregue unos mililitros de CHCl₃ (cloroformo) para minimizar la descomposición bacteriana.

Estandarice 0.1N de tiosulfato de sodio, por alguno de los siguientes métodos:

- Método de yodo: disuelva 3,249 g de potasio biyodato, calidad estándar primaria, o 3.567g de yodato potásico secado a 103±2°C durante 1h, en agua destilada y diluir a 1000ml para producir una solución de 0.1000N. Conservar en frasco de vidrio con tapón.

A 80 ml de agua destilada, agregue agitando constantemente, 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, 10ml de potasio biyodato 0.1000N y 1g de yoduro de potasio. Valorar inmediatamente con titulante 0.1N Tiosulfato de Sodio hasta que desaparezca el color azul.

- Método de dicromato: disuelva 4,904 g de dicromato de potasio anhidro, K₂Cr₂O₇, de calidad estándar primaria, en agua destilada y diluya a 1000 ml para obtener una solución de 0,1000 N. Conservar en un frasco con tapón de vidrio. Proceda como en el método del yodato, con las siguientes excepciones: Sustituya el yodato con 10,00 ml de K₂Cr₂O₇ 0,1000N y deje reposar la mezcla de reacción

6 minutos en la oscuridad antes de valorar con el valorante Na₂S₂O₃ 0,1N.

$$\frac{Na_2S_2O_3 \text{ Normalizado}}{consumido} = \frac{1}{ml \ Na \ S \ O}$$

2 2 3

- Titulante estándar de tiosulfato de sodio 0.01N o 0.025N: mejore la estabilidad de 0.01N o 0.025N Na₂S₂O₃ diluyendo una solución envejecida 0.1N, preparada como se indica arriba, con agua destilada recién hervida. Agregue 4 g de borato de sodio y 10 mg de yoduro de mercurio / L de solución. Para un trabajo preciso, estandarice esta solución diariamente de acuerdo con las

instrucciones dadas anteriormente, usando yodato 0.01N o 0.025N o K₂Cr₂O₇. Utilice volúmenes suficientes de estas soluciones estándar para que su dilución final no sea superior a 1 + 4.

Para acelerar las operaciones en las que se deben valorar muchas muestras, utilice una bureta automática de un tipo en el que el caucho no entre en contacto con la solución. Los titulantes estándar, 0,0100 N y 0,0250 N, son equivalentes, respectivamente, a 354,5 mg y 886,3 mg de Cl₂/l ml.

- e) Solución indicadora de almidón
- f) Yodo estándar, 0.1N
- g) Yodo diluido estándar, 0.0282N

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El cloro en solución acuosa no es estable y el contenido de cloro de las muestras o soluciones, particularmente las soluciones débiles, disminuirá rápidamente. La exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro. Por lo tanto, inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesivas. No almacene muestras para analizarlas en busca de cloro.

PROCEDIMIENTO:

1. Volumen de muestra: seleccione un volumen de muestra que no requiera más de 20 ml 0.01N de tiosulfato de sodio, ni menos de 0.2 ml para el punto final de yoduro de almidón. Para un rango de cloro de 1 a 10 mg/L use una muestra de 500 ml, y por encima de 10 mg/L utilice proporcionalmente menos muestra.
2. Preparación para la titulación: colocar 5 ml de ácido acético, o lo suficiente para reducir el pH entre 3 y 4 en un matraz o cazuela de porcelana blanca. Agregue 1 g de KI (yoduro de potasio) a la muestra y mezcle con una varilla de agitación.
3. Valoración: se debe realizar lejos de la luz solar directa. Agregue tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N en una bureta y titule hasta que el color amarillo del yodo liberado casi desaparezca, agregue 1 ml de solución de almidón y valore hasta que desaparezca el color azul.
4. Titulación del blanco: Tomar un volumen de agua destilada correspondiente a la muestra utilizada para la titulación, agregar 5 ml de ácido acético, 1 g de KI y 1 ml de solución de almidón. Realice la titulación en blanco así:
 - a) Si aparece un color azul, valorar con tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N hasta que desaparezca el color azul y registrar el resultado. B es negativo.
 - b) Si no aparece el color azul, valore con una solución de yodo 0.0282N hasta que aparezca el color azul. Valorar en negro con tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N y registrar la diferencia. B es positivo.

Antes de calcular la concentración de cloro, reste la titulación en blanco de a) de la titulación de la muestra; o si es necesario, agregue el valor neto equivalente de la titulación en blanco en b).

Para determinar el cloro residual total disponible en una muestra de agua:

$$\underline{Cl_2} = \frac{(A \pm B) N \times 35450}{\text{ml}}$$

A= ml titulación para muestra

B= ml titulación para blanco (positivo o negativo N= normalidad de tiosulfato de sodio).

CONTROL DE CALIDAD:

- El cloro en solución acuosa no es estable, el contenido disminuirá rápidamente.
- Evite la exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro.
- Inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesiva.

VIGENCIA 2025

1. AGUA DE CONSUMO

1.1. TURBIEDAD

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: los nefelómetros electrónicos son los instrumentos preferidos para la medición de la turbidez del agua, la cual es causada por materia en suspensión y coloidal como arcilla, limo, materia orgánica e inorgánica finamente dividida y plancton y otros organismos microscópicos. Consiste en la medida de la dispersión y absorción de la luz que ejercen las partículas presentes en el agua, dificultando la transmisión de la misma sin cambio en la dirección y nivel de flujo a través de la muestra.

RESUMEN: El método consiste en la comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra respecto a la intensidad de la luz dispersada por una suspensión estándar de referencia en iguales condiciones. Cuando mayor sea la intensidad de la luz dispersada, mayor la turbiedad.

INTERFERENCIAS:

- La turbidez se puede determinar para cualquier muestra de agua la cual esté libre de desechos y sedimentos gruesos de sedimentación rápida
- Cristalería sucia
- Presencia de burbujas de aire que dan falsos resultados.
- El color verdadero, causado por sustancias disueltas que absorben la luz generan que la turbidez medida sea baja, sin embargo, en el agua tratada, este efecto no es significativo.

EQUIPOS Y MATERIALES

- Nefelómetro de laboratorio o de proceso, el cual es la fuente de luz para iluminar la muestra y uno o más detectores fotoeléctricos con un dispositivo de lectura para indicar la intensidad de la luz dispersa a un ángulo de 90° de la luz incidente. La sensibilidad del aparato debe permitir detectar diferencias de turbidez de 0.02 NTU, se pueden requerir varios rangos para la cobertura adecuada y sensibilidad suficiente para turbidez baja. Tener en cuenta que se cuenta con:
 - Lámpara de filamento de tungsteno que funcione a temperatura de color entre 2200y 3000°K
 - Distancia total recorrida por la luz incidente y dispersa dentro del tubo de máximo 10cm.
 - Ángulo de aceptación de la luz por el detector centrado a 90° con respecto a la trayectoria de la luz incidente y no exceder $\pm 30^\circ$ desde 90° .
- Celdas para muestra: deben ser celdas o tubos de vidrio o plástico transparente e incoloro, las cuales se deben limpiar minuciosamente tanto por dentro como por fuera, desecharlas si están rayadas o grabadas. Nunca manejarlos donde el haz de luz del instrumento los incidirá, se deben utilizar tubos lo suficientemente largos o con funda protectora que permita su correcta manipulación. Al llenar las celdas con muestra o estándar se deben agitar y dejar el tiempo necesario para que escapen las burbujas.
- Lavar las celdas o tubos con jabón de laboratorio por dentro y por fuera, luego lavar con agua destilada y dejar que sequen al aire, se deben manipular solo de la parte superior, evitando suciedad y huellas dactilares. Se puede emplear aceite de silicona con el mismo índice de refracción del vidrio, pero no en abundante cantidad pues puede atraer suciedad y contaminar la muestra, este se debe esparcir con un paño suave que no suelte pelusa.
- Emplear pares de celdas coincidentes o la misma celda para la estandarización y la medición de muestra para evitar interferencia en la medición.

REACTIVOS

- Agua de dilución: el agua de alta pureza provocará cierta dispersión de luz, detectada por el equipo como turbidez, para obtener agua de baja turbidez para diluciones (valor nominal 0.02 NTU) se debe pasar agua de grado reactivo de laboratorio a través de un filtro con tamaño de poro que elimine partículas mayores de $0.1\mu\text{m}$; o hacer uso de aguas desmineralizadas con poca turbidez.
- Suspensión estándar primaria de formazina:

- Solución I: disuelva 1000 g de sulfato de hidracina en agua destilada y diluir a 100mL en un matraz aforado.

- Solución II: disuelva 10 g de hezametilentetramina en agua destilada y diluir a 100mL en un matraz aforado.

- En un matraz mezcle 5 mL de solución I y 5 mL de solución II, dejar reposar 24 h a $\pm 3^{\circ}\text{C}$. Se obtiene una suspensión de 4000 NTU, la cual se debe transferir a un vaso ámbar que bloquee la luz UV para almacenamiento.

- Diluir suspensiones de turbidez: diluir la suspensión estándar de 4000NTU con agua de dilución de alta calidad, prepararla inmediatamente antes de usar.

- Estándares secundarios: son aquellos estándares que el fabricante ha certificado, proporcionan resultados de calibración de los instrumentos equivalentes a los resultados obtenidos con el estándar. Dentro de esto se encuentran suspensiones de stock comercial de formazina de 4000NTU, suspensiones de microesferas de copolímero de estireno-divilbenceno y artículos suministrados por el fabricante como celdas con suspensión de látex o con partículas de óxido metálico en un gel de polímero. Se recomienda usar suspensiones específicas del tipo de nefelómetro utilizado

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

Se debe determinar la turbidez lo antes posible después de tomar la muestra, para obtener los mejores resultados, sin alterar las condiciones originales de la muestra, como la temperatura o el pH. Agite suavemente todas las muestras antes del examen para garantizar una medición representativa. La conservación de la muestra no es práctica; sin embargo, si es necesaria, refrigere o enfíe a 4°C , para minimizar la descomposición microbiológica de sólidos.

PROCEDIMIENTO

- Técnicas generales de medición: es importante prestar atención a las técnicas de medición adecuadas independientemente del instrumento utilizado. Mida la turbidez inmediatamente para evitar cambio de temperatura, floculación y sedimentación de partículas que cambien las características de la muestra. Evite la dilución siempre que sea posible, elimine aire u otros gases atrapados en la muestra antes de realizar la medición. No elimine las burbujas de aire dejando la muestra en reposo, pues las partículas pueden asentarse y la temperatura de la muestra puede cambiar.

- Calibración del Nefelómetro: siguiendo las instrucciones del fabricante, midiendo al menos un estándar en cada uno de los rangos de medición a utilizar, asegurándose que el equipo de medidas estables en todos los rangos de sensibilidad. Se debe ser cuidadoso en la manipulación de las celdas, desgasificación y tratamiento para la condensación en las celdas.

- Medición de la turbidez: Agite suavemente la muestra, espere a que desaparezcan las burbujas y vierta la muestra en la celda, introduzca la celda en el nefelómetro y lea la turbidez de la misma. Reporte la turbidez de la siguiente manera

RANGO DE TURBIDEZ NTU	REPORTE AL MAS CERCANO NTU
0-1.0	0.05
1-10	0.1
10-40	1
40-100	5
100-400	10
400-1000	50
>1000	100

- ▢ Calibración de monitores continuos de turbidez: realice calibración continua con patrón primario de formazina o patrón secundario apropiado.

CONTROL DE CALIDAD

- ▢ Realice una buena limpieza de las celdas con aceite de silicona.
- ▢ Agite la muestra antes de realizar la medición y verifique que al verterla en la celda no se generen burbujas que interfieran en la medición.
- ▢ Realice calibración del equipo de acuerdo a las indicaciones del fabricante con periodicidad con el estándar indicado.

1.2. COLOR APARENTE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El color es el resultado de la presencia de iones metálicos naturales (hierro y manganeso), humus, plancton, malezas y otros desechos, el color aparente se refiere no solo al color por sustancias en solución sino el debido a materia en suspensión. Se determina en la muestra original sin filtración ni centrifugación.

El método platino-cobalto es útil para medir el color del agua potable y de aquella en la que el color se debe a materiales naturales, no es aplicable para aguas residuales industriales muy coloreadas.

RESUMEN: Se determina mediante la comparación visual de la muestra con concentraciones de soluciones coloreadas, la comparación también se puede hacer con discos de color de vidrio especiales y calibrados.

El método estándar es la medición del color platino-cobalto, siendo la unidad de color 1 mg de platino/L en forma de ion cloroplatinato. La proporción platino-cobalto se puede variar para igualar el tono en casos especiales.

INTERFERENCIAS

- La turbidez hace que el color aparente sea más alto que el color verdadero, por lo tanto, si la medición es de color real, se debe eliminar la turbidez mediante centrifugación durante 1 hora o filtración, antes de realizar la lectura.

El color del agua depende en gran medida del pH del agua y aumenta a medida que el pH aumenta. Indicar el pH al que se determina el color.

B= mL de muestra tomada para dilución.

Reporte los resultados de color en números enteros y regístrelos así:

UNIDADES DE COLOR	REGISTRAR AL MAS CERCANO
1-50	1

51-100	5
101-250	10
251-500	20

CONTROL DE CALIDAD

- Proteger los estándares contra la evaporación y contaminación cuando no estén en uso.

Para realizar la comparación para definir el color de la muestra, tome los tubos mirando verticalmente hacia abajo a través de los tubos hacia una superficie blanca colocada de tal manera que la luz se refleje hacia arriba a través de las columnas de líquido.

1.3. PH

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El método 9040 se usa para medir el pH de residuos acuosos y aquellos residuos donde la fase acuosa constituye al menos el 20% del volumen total del residuo. La corrosividad de ácidos y bases concentradas, o de estos mezclados con sustancias inertes, no puede medirse. La medición del pH requiere algún contenido de agua.

RESUMEN: El pH de una muestra es determinado electrométicamente usando un electrodo de vidrio en combinación con un potencial de referencia o un electrodo de combinación. El dispositivo de medición es calibrado usando una serie de soluciones estándares de pH conocido.

INTERFERENCIAS:

2.4.1. El electrodo de vidrio, en general, no está sujeto a interferencias de la solución como el color, la turbiedad, la materia coloidal, los oxidantes, los reductores, o la salinidad moderada (solución molar <0.1).

2.4.2. Los errores por sodio a niveles de pH mayores a 10 pueden reducirse o eliminarse usando electrodos con bajo error por sodio.

2.4.3. Los recubrimientos del material aceitoso o el material particulado pueden alterarla respuesta del electrodo. Dichos recubrimientos pueden usualmente removerse mediante un lavado suave o un lavado con detergente, seguido de un enjuague con agua destilada. Un tratamiento con ácido clorhídrico (1:10) puede necesitarse para remover cualquier película remanente.

2.4.4. Los efectos de la temperatura en la determinación electrométrica del pH provienen de dos fuentes. La primera es causada por el cambio en la señal de salida del electrodo a varias temperaturas. Esta interferencia debe controlarse con instrumentos utilizando un compensador de temperatura o calibrando el sistema (electrodo- medidor) a la temperatura de las muestras. La segunda fuente de los efectos de la temperatura en la variación cambio del pH se debe a los cambios de temperatura en la muestra. Este error depende de la muestra y no puede controlarse. Por lo tanto, debe reportarse la temperatura y el pH de la muestra en el momento del análisis.

EQUIPOS Y MATERIALES

2.4.5. pH-metro: Modelo de campo o de laboratorio. Varios instrumentos están disponibles en el mercado con variedad de especificaciones y equipos opcionales.

2.4.6. Electrodo de vidrio.

2.4.7. Electrodo de referencia: Puede usarse un electrodo de cloruro de plata-plata u otra referencia con potencial constante.

- 2.4.8. NOTA: Es conveniente usar e incorporar electrodos combinados de medición y referencia. Dichos electrodos se encuentran disponibles en el mercado con materiales de llenado sólidos o de tipo gel, además dichos electrodos requieren un mínimo mantenimiento.
- 2.4.9. Agitador magnético y barra de agitación con recubrimiento de teflón.
- 2.4.10. Termómetro y/o sensor de temperatura para compensación automática.
- 2.4.11. Soluciones tampón para calibración.

REACTIVOS

- 2.4.12. Deben usarse reactivos de calidad analítica en todas las pruebas. A menos que se de alguna indicación, todos los reactivos a usar deben estar de acuerdo con las especificaciones dadas por el Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Americana de Química, donde tales especificaciones están disponibles. Otras clasificaciones pueden usarse, siempre y cuando el reactivo tenga la pureza necesaria para permitir su uso sin disminuir la precisión en la determinación.
- 2.4.13. Sales estándares tampones primarias se encuentran disponibles en el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST) y pueden usarse en situaciones donde se requiere una alta precisión. La preparación de las soluciones de referencia de dicha requiere de precauciones especiales tales como usar agua de dilución para baja conductividad, usar hornos de secado y usar gas de purga libre de dióxido de carbono. Dichas soluciones deben remplazarse al menos una vez por mes.
- 2.4.14. Soluciones tampones estándares secundarias pueden prepararse de las sales de la NIST o adquirirse de vendedores comerciales de soluciones. Dichas soluciones comerciales se han validado al compararlas con las sales de la NIST y son recomendadas para un uso rutinario.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO 1.3.15.

- i. Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.
- ii. Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible.
- iii. Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

PROCEDIMIENTO

c) CALIBRACIÓN:

- iv. A causa de la gran variedad de pH-metros y accesorios, procedimientos detallados de operación de operación que pueden incluirse en este método. Cada análisis debe reportarse con la operación de cada sistema y particularmente con todas las funciones de los instrumentos. Se recomienda prestar especial atención al cuidado de los electrodos.

Cada instrumento o sistema de electrodos debe calibrarse con un mínimo de dos puntos que soporten el pH esperado de las muestras y que estén separados entre sí tres unidades de pH o más. (Para la caracterización de la corrosividad, la calibración del pH-metro debe incluir una solución tampón de pH 2 para residuos ácidos y una solución tampón de pH 12 para residuos cáusticos; también, para la caracterización de la corrosividad, la muestra debe medirse a $25 \pm 1^\circ\text{C}$ si el pH del residuo es mayor a 12.). Varios diseños de instrumentos pueden incluir el uso de un dial (para "balancear" o "estandarizar") o de un ajuste de pendiente, de acuerdo con las instrucciones que señale el fabricante. Realizar ajustes repetitivos en porciones sucesivas de las dos soluciones

tampones hasta que las lecturas obtenidas estén dentro de un rango de ± 0.05 unidades de pH del valor de la solución tampón.

- v. Colocar la muestra o la solución tampón en un beaker de vidrio limpio usando el suficiente volumen de tal forma que cubra totalmente el sensor del electrodo. Colocar el electrodo de tal forma que no interfiera el movimiento de la barra de agitación magnética. Si se está tomando una medición en campo, los electrodos deben sumergirse en la corriente de muestreo a una adecuada profundidad. Los electrodos deben agitarse de tal forma que se asegure que la muestra se mueve alrededor del sensor de cada electrodo. Un indicativo de lo anterior es obtener lecturas con diferencias menores a 0.1 unidades de pH entre los duplicados.
- vi. Si la temperatura de la muestra difiere en más de 2°C de la temperatura de la solución tampón, la medida del pH debe corregirse. Los instrumentos están equipados con compensadores manuales o automáticos que ajustan electrónicamente las diferencias de medida debidas a los cambios en temperatura. Referirse a las especificaciones del fabricante.
- vii. Enjuagar completamente y limpiar suavemente los electrodos antes de cada medición del pH de las muestras. Sumergir los electrodos dentro del beaker con la muestra o en la corriente de muestreo y agitar suavemente a una tasa constante para lograr una buena homogenización y mantener los sólidos en suspensión. Anotar y registrar el pH y la temperatura de la muestra. Repetir las mediciones con alícuotas sucesivas de muestra hasta obtener valores que difieran en menos de 0.1 unidades de pH. Dos o tres cambios de volumen son por lo general suficientes.

d) PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y MEDIDA DEL pH

- viii. Pese 20g de muestra en un beaker de 50ml adicione 50 ml de agua de ionizada, cubra y agite por cinco minutos.
- ix. Si la temperatura difiere por más de 2°C de la solución buffer, la medida del valor del pH debe ser corregida.

CONTROL DE CALIDAD

- x. Referirse al capítulo 1 del manual EPA SW-846.
- xi. Los electrodos deben limpiarse con agua destilada entre muestra y muestra.

1.4. CLORO TOTAL RESIDUAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La cloración tanto en agua de abastecimiento como aguas contaminadas sirve principalmente para destruir o desactivar aquellos microorganismos que producen enfermedades, adicionalmente como beneficio en el agua potable, coadyuva a la mejora en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y otras sustancias orgánicas.

La concentración mínima detectable es aproximadamente $40\text{ }\mu\text{g Cl como Cl}_2/\text{L}$ si se usa sulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.01N en este método.

RESUMEN: el cloro liberará yodo libre de las soluciones de yoduro de potasio (KI) a pH 8 o menos. El yodo liberado se titula con una solución estándar de tiosulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) con almidón como indicador.

Valorar a pH 3 a 4 porque la reacción no es estequiométrica a pH neutro debido a la oxidación parcial del tiosulfato a sulfato.

INTERFERENCIAS:

- Formas oxidadas de manganeso y otros agentes oxidantes.
- Los agentes reductores como los sulfuros orgánicos.
- Aunque la valoración neutra minimiza el efecto de interferencia de los iones férrico y nitrito, se prefiere la valoración ácida porque algunas formas de cloro combinado no reaccionan a pH 7.
- Utilizar sólo ácido acético para la valoración ácida; el ácido sulfúrico (H₂SO₄) aumentará las interferencias; nunca use ácido clorhídrico (HCl).

EQUIPOS Y MATERIALES:

- Matraz
- Cazuela de porcelana blanca
- Bureta
- Agitadores magnéticos
- Agitador de vidrio

REACTIVOS:

- h) Ácido acético.
- i) Cristales de Yoduro de potasio, KI.
- j) Tiosulfato de sodio estándar, 0.1N: disolver 25g de Na₂S₂O₃·5H₂O en 1L de agua destilada recién hervida y estandarizar contra el bi-yodato de potasio o el dicromato de potasio después de por lo menos 2 semanas de almacenamiento. Este almacenamiento inicial es necesario para permitir la oxidación de cualquier ion bisulfito presente. Usar agua destilada hervida y agregue unos mililitros de CHCl₃ (cloroformo) para minimizar la descomposición bacteriana.

Estandarice 0.1N de tiosulfato de sodio, por alguno de los siguientes métodos:

3. Método de yodo: disuelva 3,249 g de potasio biyodato, calidad estándar primaria, o 3.567g de yodato potásico secado a 103±2°C durante 1h, en agua destilada y diluir a 1000ml para producir una solución de 0.1000N. Conservar en frasco de vidrio con tapón.

A 80 ml de agua destilada, agregue agitando constantemente, 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, 10ml de potasio biyodato 0.1000N y 1g de yoduro de potasio. Valorar inmediatamente con titulante 0.1N Tiosulfato de Sodio hasta que desaparezca el color azul.

4. Método de dicromato: disuelva 4,904 g de dicromato de potasio anhidro, K₂Cr₂O₇, de calidad estándar primaria, en agua destilada y diluya a 1000 ml para obtener una solución de 0,1000 N. Conservar en un frasco con tapón de vidrio. Proceda como en el método del yodato, con las siguientes excepciones: Sustituya el yodato con 10,00 ml de K₂Cr₂O₇ 0,1000N y deje reposar la mezcla de reacción

6 minutos en la oscuridad antes de valorar con el valorante Na₂S₂O₃ 0,1N.

$$\frac{Na_2S_2O_3 \text{ Normalizado}}{consumido} = \frac{1}{ml \ Na \ S \ O}$$

- k) Titulante estándar de tiosulfato de sodio 0.01N o 0.025N: mejore la estabilidad de 0.01N o 0.025N Na₂S₂O₃ diluyendo una solución envejecida 0.1N, preparada como se indica arriba, con agua destilada recién hervida. Agregue 4 g de borato de sodio y 10 mg de yoduro de mercurio / L de solución. Para un trabajo preciso, estandarice esta solución diariamente de acuerdo con las

instrucciones dadas anteriormente, usando yodato 0.01N o 0.025N o K₂Cr₂O₇. Utilice volúmenes suficientes de estas soluciones estándar para que su dilución final no sea superior a 1 + 4.

Para acelerar las operaciones en las que se deben valorar muchas muestras, utilice una bureta automática de un tipo en el que el caucho no entre en contacto con la solución. Los titulantes estándar, 0,0100 N y 0,0250 N, son equivalentes, respectivamente, a 354,5 mg y 886,3 mg de Cl₂/l ml.

- l) Solución indicadora de almidón
- m) Yodo estándar, 0.1N
- n) Yodo diluido estándar, 0.0282N

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El cloro en solución acuosa no es estable y el contenido de cloro de las muestras o soluciones, particularmente las soluciones débiles, disminuirá rápidamente. La exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro. Por lo tanto, inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesivas. No almacene muestras para analizarlas en busca de cloro.

PROCEDIMIENTO:

5. Volumen de muestra: seleccione un volumen de muestra que no requiera más de 20 ml 0.01N de tiosulfato de sodio, ni menos de 0.2 ml para el punto final de yoduro de almidón. Para un rango de cloro de 1 a 10 mg/L use una muestra de 500 ml, y por encima de 10 mg/L utilice proporcionalmente menos muestra.
6. Preparación para la titulación: colocar 5 ml de ácido acético, o lo suficiente para reducir el pH entre 3 y 4 en un matraz o cazuela de porcelana blanca. Agregue 1 g de KI (yoduro de potasio) a la muestra y mezcle con una varilla de agitación.
7. Valoración: se debe realizar lejos de la luz solar directa. Agregue tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N en una bureta y titule hasta que el color amarillo del yodo liberado casi desaparezca, agregue 1 ml de solución de almidón y valore hasta que desaparezca el color azul.
8. Titulación del blanco: Tomar un volumen de agua destilada correspondiente a la muestra utilizada para la titulación, agregar 5 ml de ácido acético, 1 g de KI y 1 ml de solución de almidón. Realice la titulación en blanco así:
 - a) Si aparece un color azul, valorar con tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N hasta que desaparezca el color azul y registrar el resultado. B es negativo.
 - b) Si no aparece el color azul, valore con una solución de yodo 0.0282N hasta que aparezca el color azul. Valorar en negro con tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N y registrar la diferencia. B es positivo.

Antes de calcular la concentración de cloro, reste la titulación en blanco de a) de la titulación de la muestra; o si es necesario, agregue el valor neto equivalente de la titulación en blanco en b).

Para determinar el cloro residual total disponible en una muestra de agua:

$$\underline{Cl_2} = \frac{(A \pm B) N \times 35450}{\text{ml}}$$

A= ml titulación para muestra

B= ml titulación para blanco (positivo o negativo N= normalidad de tiosulfato de sodio).

CONTROL DE CALIDAD:

- El cloro en solución acuosa no es estable, el contenido disminuirá rápidamente.
- Evite la exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro.
- Inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesiva.

1.5. COLIFORMES TOTALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN

2.4.15. La presencia de *Escherichia Coli* es un indicador de contaminación fecal y posible presencia de patógenos entéricos. El método de enzima sustrato es un método el cual detecta coliformes totales y *E. Coli*, requiere menor tiempo (18- 24 horas) y es más preciso. El método detecta hasta < 3 bacterias/100mL y disminuye la interferencia de organismos heterotróficos.

2.4.16. El método se basa en la hidrólisis por parte de enzimas específicas presentes en los coliformes totales y *E. Coli* de un sustrato cromogénico, 5-bromo-4-cloro-3-indolil- β -D- galactopiranosido (X- GAL), y un sustrato fluorogénico, 4-metil-umbeliferil-B-D- glucurónido (MUG). Al usar este método los coliformes son definidos como toda bacteria que posea la enzima B-D- galactosidasa.

RESÚMEN DEL MÉTODO

2.4.17. Esterilizar el material que se va a usar en la autoclave.

2.4.18. Preparación de la solución salina al 0.85 % en la cual se realizará las diluciones respectivas de la muestra.

2.4.19. Preparación del medio de cultivo LMX fluorocult y llevarlo a los tubos taparosca.

2.4.20. Realizar las diluciones y siembras correspondientes y llevar a la incubadora a 35°C por 24 a 48 horas.

2.4.21. Sacar los tubos de la incubadora y observar si se presenta cambio de color, contar los tubos positivos para cada dilución y reportar positivo para coliformes totales. Ir a la tabla 5 para determinar el NMP/mL.

2.4.22. Alumbrar en la oscuridad los tubos que dieron positivo para coliformes totales con una lámpara de fluorescencia, aquellos que presentan fluorescencia se informan positivos para *E. Coli*. Contar los tubos positivos por cada dilución sembrada y determinar con la tabla 5 el NMP/mL de *E. Coli*.

INTERFERENCIAS

2.4.23. Una preparación errónea de los tubos de dilución, ya que si la solución no es isotónica las bacterias pueden morir al no poder regular la presión osmótica.

2.4.24. Marcar erróneamente al momento del conteo de los resultados.

2.4.25. Asegurarse de agitar vigorosamente cada una de las diluciones antes de realizar la siguiente, y de realizar correctamente el pipeteo.

2.4.26. Realizar el conteo de las muestras antes del tiempo estipulado puede ocasionar errores en la lectura.

2.4.27. Temperaturas inadecuadas en la incubación de las muestras, temperaturas muy altas pueden matar a los microorganismos mientras que por lo contrario bajas temperaturas pueden evitar que las bacterias crezcan rápidamente.

EQUIPOS Y MATERIALES

- 2.4.28. Frasco con 90 mL de solución salina al 0.85%.
- 2.4.29. Tubos taparosca con solución salina al 0.85%.
- 2.4.30. Balanza.
- 2.4.31. Incubadora a 35°C.
- 2.4.32. Lámpara UV 360 nm.
- 2.4.33. Pipetas de 1 mL.
- 2.4.34. Tubos taparosca con caldo LMX fluorocult.
- 2.4.35. Pipetas de 10 mL.
- 2.4.36. Bolsas ziploc.
- 2.4.37. Autoclave.
- 2.4.38. Caja de fósforos.
- 2.4.39. Gradilla para tubos de ensayo.
- 2.4.40. Pipeteador.
- 2.4.41. Solución de alcohol al 70%.
- 2.4.42. Servilletas.
- 2.4.43. Rollo de papel vinipel.

REACTIVOS Y ESTÁNDARES

- a) PREPARACIÓN DEL MEDIO DE CULTIVO LMX FLUOROCULT: Suspender 17 gramos del medio de cultivo en 1 litro de agua destilada y disolver hasta ebullición. Posteriormente distribuir el medio de cultivo preparado en los contenedores finales y esterilizar en autoclave a 121°C por 15 minutos.
- b) PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN SALINA (NaCl) AL 0.85%: Suspender 0.85 gramos de NaCl en 100 mL de agua destilada. Distribuir en contenedores finales y esterilizar en autoclave a 121°C por 15 minutos.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA: La muestra deberá ser tomada y transportada en condiciones de refrigeración (4°C) y ser analizada antes de 24 horas.

CALIBRACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN: Se debe realizar un control de esterilidad del medio de cultivo sin inocular, el cual se incuba junto con las muestras en iguales condiciones de temperatura y tiempo.

PROCEDIMIENTO

- 2.4.44. Desinfectar el lugar de trabajo con etanol al 70% y prender el mechero.
- 2.4.45. Homogenizar la muestra, y tomar de esta 10 mL para posteriormente depositarlos en el frasco con 90 mL de NaCl al 0.85% estéril (dilución 10-1).
- 2.4.46. Agitar el frasco vigorosamente.
- 2.4.47. Transferir 1 mL de la dilución anterior a un tubo que contenga 9 mL de NaCl al 0.85% estéril y mezclar de nuevo vigorosamente (dilución 10-2).
- 2.4.48. Continuar haciendo las diluciones necesarias. El rango de las diluciones preparadas y sembradas depende de la naturaleza de la muestra, es recomendable sembrar mínimo 3 diluciones.
- 2.4.49. De cada una de las diluciones decimales seriadas se siembra 1 mL por triplicado en tubos taparosca que contienen 10 mL de caldo LMX fluorocult. Llevar los tubos a incubación a 35±2°C durante 24 a 48 horas.

CONTROL DE CALIDAD: Como control negativo de esterilidad se debe incubar un tubo de caldo LMX fluorocult sin inocular a $35 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 24 a 48 horas.

CÁLCULOS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS: Sacar los tubos de la incubadora y observar el cambio de color de los mismos.

2.4.50. El cambio de color amarillo original del medio de cultivo LMX fluorocult a color verde indica presencia de coliformes totales. Contar los tubos positivos por cada una de las diluciones sembradas y con la ayuda de la tabla 5 determinar el NMP/mL de coliformes totales utilizando la fórmula:

$$\text{NMP/mL} = \text{Número que está en la tabla} * \frac{\text{Factor inverso de dilución intermedia}}{100}$$

mL

2.4.51. Alumbrar en la oscuridad los tubos que dieron positivo para coliformes totales con una lámpara de fluorescencia con longitud de onda de 366 nm. Aquellos que presentan fluorescencia se informan positivos para E. Coli.

2.4.52. Contar los tubos positivos por cada dilución sembrada y determinar con la tabla 5 el NMP/mL de E. Coli utilizando la fórmula anterior.

1.6. E. COLI

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN

2.4.53. La presencia de Escherichia Coli es un indicador de contaminación fecal y posible presencia de patógenos entéricos. El método de enzima sustrato es un método el cual detecta coliformes totales y E. Coli, requiere menor tiempo (18- 24 horas) y es más preciso. El método detecta hasta < 3 bacterias/100mL y disminuye la interferencia de organismos heterotróficos.

2.4.54. El método se basa en la hidrólisis por parte de enzimas específicas presentes en los coliformes totales y E. Coli de un sustrato cromogénico, 5-bromo-4-cloro-3-indolil- β -D- galactopiranosido (X- GAL), y un sustrato fluorogénico, 4-metil-umbeliferil-B-D- glucurónido (MUG). Al usar este método los coliformes son definidos como toda bacteria que posea la enzima B-D- galactosidasa.

RESÚMEN DEL MÉTODO

2.4.55. Esterilizar el material que se va a usar en la autoclave.

2.4.56. Preparación de la solución salina al 0.85 % en la cual se realizará las diluciones respectivas de la muestra.

2.4.57. Preparación del medio de cultivo LMX fluorocult y llevarlo a los tubos tapados.

2.4.58. Realizar las diluciones y siembras correspondientes y llevar a la incubadora a 35°C por 24 a 48 horas.

2.4.59. Sacar los tubos de la incubadora y observar si se presenta cambio de color, contar los tubos positivos para cada dilución y reportar positivo para coliformes totales. Ir a la tabla 5 para determinar el NMP/mL.

2.4.60. Alumbrar en la oscuridad los tubos que dieron positivo para coliformes totales con una lámpara de fluorescencia, aquellos que presentan fluorescencia se informan positivos para E. Coli. Contar los tubos positivos por cada dilución sembrada y determinar con la tabla 5 el NMP/mL de E. Coli.

INTERFERENCIAS

2.4.61. Una preparación errónea de los tubos de dilución, ya que si la solución no es isotónica las bacterias pueden morir al no poder regular la presión osmótica.

2.4.62. Marcar erróneamente al momento del conteo de los resultados.

2.4.63. Asegurarse de agitar vigorosamente cada una de las diluciones antes de realizar la siguiente, y de realizar correctamente el pipeteo.

□

2.4.64. Realizar el conteo de las muestras antes del tiempo estipulado puede ocasionar errores en la lectura.

2.4.65. Temperaturas inadecuadas en la incubación de las muestras, temperaturas muy altas pueden matar a los microorganismos mientras que por lo contrario bajas temperaturas pueden evitar que las bacterias crezcan rápidamente.

EQUIPOS Y MATERIALES

2.4.66. Frasco con 90 mL de solución salina al 0.85%.

2.4.67. Tubos taparosca con solución salina al 0.85%.

2.4.68. Balanza.

2.4.69. Incubadora a 35°C.

2.4.70. Lámpara UV 360 nm.

2.4.71. Pipetas de 1 mL.

2.4.72. Tubos taparosca con caldo LMX fluorocult.

2.4.73. Pipetas de 10 mL.

2.4.74. Bolsas ziploc.

2.4.75. Autoclave.

2.4.76. Caja de fósforos.

2.4.77. Gradilla para tubos de ensayo.

2.4.78. Pipeteador.

2.4.79. Solución de alcohol al 70%.

2.4.80. Servilletas.

2.4.81. Rollo de papel vinipel.

REACTIVOS Y ESTÁNDARES

c) PREPARACIÓN DEL MEDIO DE CULTIVO LMX FLUOROCULT: Suspender 17 gramos del medio de cultivo en 1 litro de agua destilada y disolver hasta ebullición. Posteriormente distribuir el medio de cultivo preparado en los contenedores finales y esterilizar en autoclave a 121°C por 15 minutos.

d) PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN SALINA (NaCl) AL 0.85%: Suspender 0.85 gramos de NaCl en 100 mL de agua destilada. Distribuir en contenedores finales y esterilizar en autoclave a 121°C por 15 minutos.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA: La muestra deberá ser tomada y transportada en condiciones de refrigeración (4°C) y ser analizada antes de 24 horas.

CALIBRACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN: Se debe realizar un control de esterilidad del medio de cultivo sin inocular, el cual se incuba junto con las muestras en iguales condiciones de temperatura y tiempo.

PROCEDIMIENTO

- 2.4.82. Desinfectar el lugar de trabajo con etanol al 70% y prender el mechero.
- 2.4.83. Homogenizar la muestra, y tomar de esta 10mL para posteriormente depositarlos en el frasco con 90 mL de NaCl al 0.85% estéril (dilución 10-1).
- 2.4.84. Agitar el frasco vigorosamente.
- 2.4.85. Transferir 1 mL de la dilución anterior a un tubo que contenga 9 mL de NaCl al 0.85% estéril y mezclar de nuevo vigorosamente (dilución 10-2).
- 2.4.86. Continuar haciendo las diluciones necesarias. El rango de las diluciones preparadas y sembradas depende de la naturaleza de la muestra, es recomendable sembrar mínimo 3 diluciones.
- 2.4.87. De cada una de las diluciones decimales seriadas se siembra 1 mL por triplicado en tubos tapados que contienen 10 mL de caldo LMX fluorocult. Llevar los tubos a incubación a $35\pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 24 a 48 horas.

CONTROL DE CALIDAD: Como control negativo de esterilidad se debe incubar un tubo de caldo LMX fluorocult sin inocular a $35\pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 24 a 48 horas.

CÁLCULOS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS: Sacar los tubos de la incubadora y observar el cambio de color de los mismos.

El cambio de color amarillo original del medio de cultivo LMX fluorocult a color verde indica presencia de coliformes totales. Contar los tubos positivos por cada una de las diluciones sembradas y con la ayuda de la tabla 5 determinar el NMP/mL de coliformes totales utilizando la fórmula:

$$\text{NMP/mL} = \text{Número que está en la tabla} * \frac{\text{Factor inverso de dilución intermedia}}{100}$$

mL

- 2.4.88. Alumbrar en la oscuridad los tubos que dieron positivo para coliformes totales con un lámpara de fluorescencia con longitud de onda de 366 nm. Aquellos que presentan fluorescencia se informan positivos para E. Coli.
- 2.4.89. Contar los tubos positivos por cada dilución sembrada y determinar con la tabla 5 el NMP/mL de E. Coli utilizando la fórmula anterior.

Tabla 2. Volúmenes de muestra GGA

No de tubos positivos				Límites de confianza	
DILUCIONES				Inf. Super	Inf. Super
10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	NMP/g	99%	95%
0	1	0	<3	<1.23	<1.17
1	0	0	3.6	<1.28	1.21
1	0	1	7.2	1.35	2.27
1	1	0	7.3	1.36	2.28
1	2	0	11	2.44	4.35
2	0	0	9.1	1.50	2.38
2	0	1	14	3.62	5.48
2	1	0	15	3.65	5.50
2	1	1	20	5.77	8.61
2	2	0	21	5.80	8.63
3	0	0	23	4.177	7.129
3	0	1	39	10.230	10.180
3	1	0	43	10.290	20.210
3	1	1	75	20.370	20.280
3	2	0	93	20.520	30.390
3	2	1	150	30.660	50.510
3	2	2	210	50.820	80.640
3	3	0	240	<100.1900	100.1400
3	3	1	460	100.3200	200.2400
3	3	2	1100	200.6400	300.4800

Tomado de: CASTELLANOS R, Jose.

1.7. CONDUCTIVIDAD

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La conductividad (o conductancia específica) de una solución de electrolito es una medida de su capacidad para conducir la electricidad. ... El agua desionizada de alta calidad tiene una conductividad de $5,5 \mu\text{S/m}$, el agua potable típica en el rango de $5\text{-}50 \text{ mS/m}$. La conductividad es la medida de la capacidad del agua para conducir una corriente eléctrica. Al determinar la concentración de iones disueltos en el agua (electrólitos) se puede así, determinar la cantidad de sólidos totales disueltos (TDS, por sus siglas en inglés) en el agua. La conductividad eléctrica del agua proporciona una evaluación de la concentración total de iones disueltos en el agua, y es una propiedad importante del agua que se toma frecuentemente como un indicador del grado de mineralización (concentración iónica total) del agua.

TOMA DE MUESTRAS: La conductividad eléctrica de una solución de un electrolito se mide determinando la resistencia de la solución entre dos electrodos planos o cilíndricos separados por una distancia fija. Se utiliza una tensión alterna para evitar la electrólisis. La resistencia se mide con un conductímetro.

1.8. ANTIMONIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El antimonio es un elemento metaloide del grupo P con una diversidad de usos: se usa en agentes retardantes de fuego, aleaciones y pigmentos. De forma más novedosa, se usa también para el proceso de fabricación de pantallas de vidrio. El riesgo mayor de exposición al antimonio es ocupacional. El uso más concerniente del antimonio en materia de agua es como catalizador en la elaboración del polímero polietiléntereftalato o PET. Ya que puede permanecer como un residuo de la fabricación y eventualmente transferirse al agua, su presencia en el agua purificada está regulada.

1.9. ARSENICO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El arsénico es un elemento natural que se encuentra en la tierra y entre los minerales. Los componentes del arsénico se usan para preservar la madera, como plaguicidas y en ciertas industrias. El arsénico forma parte del aire, el agua y la tierra a través del polvo que se lleva el viento. Es un metal que se encuentra disuelto en el agua, pero no se ve, no se huele ni tiene sabor. El agua que consumimos puede ser transparente, pero sin embargo encontrarse contaminada. La única forma certera de detectarlo es mediante un análisis de agua.

TOMA DE MUESTRAS: RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

2.4.90. Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.

2.4.91. Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible.

2.4.92. Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

1.10. BARIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El bario se encuentra presente en el sulfato de bario (Barita) que es uno de los principales componentes del fluido de perforación de pozos de petróleo. Este fluido, después de ser utilizado para la perforación de pozos de petróleo es procesado produciendo desechos sólidos y agua que deben ser tratados para su reincorporación al ambiente. El agua a tratar contiene bario cuyo límite permisible dictado.

2.4.93. en el Reglamento sustitutivo al Reglamento Ambiental para las Operaciones Hidrocarburíferas en el Ecuador "RAOHE 1215" es de 5 mg/L para descargas ambientales. Como parte del proceso de tratamiento de agua se tiene la verificación de sus parámetros previa a su descarga por lo que en campo se cuenta con laboratorios móviles que poseen el instrumental básico para realizar los análisis pertinentes. Para la determinación de bario se emplea el método turbidimétrico basado en la precipitación del bario presente en agua como sulfato de bario.

TOMA DE MUESTRAS:

2.4.94. El análisis se lo realiza siguiendo el método 8014 de HACH con la ayuda de un espectrofotómetro HACH DR- 2800. Estos métodos son empleados por su facilidad de manejo y movilización que son requerimientos fundamentales para operaciones en campo. Se realizó la determinación de bario en muestras tomadas durante la perforación de dos pozos realizados en el país, pozo Shusufindi RW3 y Cuyabeno 28D mismos que presentan un máximo de concentración de bario de 4mg/L. Durante la determinación del ión se ha encontrado que para el método anteriormente mencionado se tiene problemas al analizar soluciones de baja concentración por lo que se implementa una metodología que se adapte a los requerimientos de las operaciones de perforación de pozo de petróleo en campo. Adicionalmente, se realizó una verificación estadística del método actual y del método implementado para determinar su exactitud y precisión. Los resultados obtenidos demuestran que en concentraciones entre 0 y 5 mg/L la precisión y la exactitud disminuyen ya que se tienen porcentajes de error superiores al 10% y coeficientes de variación superiores al 30%. Por este motivo se analizaron soluciones estándares con concentraciones mayores entre 10 y 40 mg/L encontrando

que la precisión y exactitud aumentan notablemente al tener como máximo porcentaje de error de 8% y un coeficiente de variación del 8,9%. Con esto, es válido el método implementado donde se realiza la fortificación de muestras previo al análisis de bario por el método HACH 8014 con 30mg/L de bario. Finalmente, con el método optimizado, se realizó la determinación de bario en las muestras de agua de cada uno de los pozos mencionados, mismos que presentan un máximo de concentración de 4 mg/L.

1.11. CADMIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

1.11.1. ALCANCE Y APLICACIÓN: El cadmio es un elemento químico de número atómico 48 situado en el grupo 12 de la tabla periódica de los elementos. Su símbolo es Cd. Es un metal pesado, blando, blanco azulado, relativamente poco abundante. Es uno de los metales más tóxicos. El cadmio puro es un metal blando de color plateado. El cloruro de cadmio y el sulfato de cadmio son solubles en agua. La mayor parte del cadmio en los Estados Unidos se extrae como producto secundario durante la producción de otros metales tales como el cinc, plomo o cobre. El Cadmio puede ser transportado a grandes distancias cuando es absorbido por el lodo. Este lodo rico en Cadmio puede contaminar las aguas superficiales y los suelos. El Cadmio es fuertemente adsorbido por la materia orgánica del suelo.

1.12. CIANURO LIBRE Y DISOCIABLE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Es el término utilizado para describir tanto al ión de cianuro (CN)⁻ que se disuelve en el agua del proceso como cualquier cianuro de hidrógeno (HCN) que se forma en la solución.

1.13. COBRE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La presencia de excesos de cobre en agua potable puede ocasionar problemas de sabor y color y producir manchas en los artefactos sanitarios y la ropa durante el lavado, además de afectar la salud de las personas por trastornos gastrointestinales, como náuseas, seguidas de vómitos y diarrea.

1.14. CROMO TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Ampliamente distribuido en la corteza terrestre, el cromo es bien conocido por su uso en la industria metalmeccánica para aumentar la dureza y la resistencia a la corrosión. Se puede encontrar en el agua en varios estados de oxidación, siendo los más comunes el +3 y el +6.

1.15. MERCURIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El mercurio existe en varias formas: elemental e inorgánico u orgánico, las cuales difieren en su toxicidad y efectos en el sistema nervioso e inmunitario, aparato digestivo, la piel y los pulmones, riñones y ojos. El metilmercurio (forma orgánica) se bioacumula por ejemplo en peces y mariscos, que luego son consumidos por el ser humano. El método espectrométrico de absorción atómica de vapor frío es aplicable para la determinación de mercurio.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica, un rayo de luz se dirige hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en el matraz. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

1.15.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

1.15.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

1.15.3. No emplee cristalería expuesta a altos niveles de mercurio, como la empleada en análisis de DQO o Nitrógeno Total Kjeldahl.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

1.15.4. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio lavado con solución 1 a 1 de HNO_3 .

1.15.5. Recolectar una muestra de 1000 ml

1.15.6. Acidificar a $\text{pH} < 2$ con HNO_3 y refrigerar la muestra a $2-5^\circ\text{C}$.

1.15.7. Tiempo máximo de preservación de 28 días.

1.16. NIQUEL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El níquel es un metal plateado-blanco, duro pero flexible que ocurre naturalmente y es encontrado en casi todo tipo de tierras. En el ambiente, se encuentra comúnmente combinado con oxígeno y azufre. En su pura forma, el metal puede tomar un lustre brillante y es resistente a deslustrarse

1.17. PLOMO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El plomo que se encuentra en el agua del grifo por lo general se produce por el deterioro de accesorios viejos o de la soldadura (unión soldada) que conecta a los tubos. Cuando el agua se posa en tuberías con plomo por varias horas.

1.18. SELENIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El selenio es un metaloide que se encuentra comúnmente en la naturaleza junto a compuestos de azufre. Aunque el selenio es esencial en los animales a nivel de trazas, es tóxico a mayores concentraciones. Aunque se sabe que el selenio tiene efectos tóxicos en animales, no se ha demostrado su toxicidad en humanos. La OMS maneja una concentración de precaución de $0,010 \text{ mg / L}$.

determinación de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas - Método de prueba.

1.19. TRIHALOMETANOS TOTALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los trihalometanos (THM) son unos subproductos de la desinfección que se forman cuando se emplea el cloro como desinfectante. Los THM que se encuentran en el agua de consumo humano son el cloroformo, el bromodiclorometano (BDCM), el dibromoclorometano (DBCM) y el bromoformo.

1.20. HIDROCARBUROS AROMATICOS POLICICLICOS HAP

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Son compuestos formados por carbono e hidrógeno que se obtienen a partir del petróleo o del gas natural. Los hidrocarburos alifáticos son compuestos frecuentemente utilizados como disolventes de Aceites, Grasas, Caucho y Resinas. Los principales compuestos aromáticos que se obtienen del petróleo son el benceno, tolueno y xilenos, y en menor medida, naftaleno y antraceno. **Nomenclatura química.** Son hidrocarburos derivados del benceno. El benceno se caracteriza por una inusual estabilidad, que le viene dada por la particular disposición de los dobles enlaces conjugados por ello, al benceno y compuestos similares o derivados se les conoce con un nombre especial: aromáticos.

1.21. CARBONO ORGANICO TOTAL (COT)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El carbono orgánico en las aguas (incluyendo las aguas residuales) está conformado por una variedad de compuestos orgánicos en diferentes estados de oxidación.

Algunos de estos compuestos orgánicos se pueden oxidar posteriormente mediante procesos químicos y biológicos y sus fracciones se pueden caracterizar mediante la demanda química de oxígeno (DQO) y la demanda bioquímica de oxígeno (DBO). Cuando en los ensayos la presencia de carbono orgánico no responde a los análisis de DQO o DBO no se pueden realizar los análisis de COT.

Los ensayos de COT son más útiles, convenientes y dan una expresión más directa del contenido orgánico total en una muestra que los ensayos de DQO o DBO; sin embargo no suministran el mismo tipo de información. A diferencia de la DBO o la DQO, el COT es independiente del estado de oxidación de la materia orgánica y no mide otros elementos enlazados orgánicamente, tales como el nitrógeno y el hidrógeno y otros elementos inorgánicos que pueden contribuir a la demanda de oxígeno que se mide en la DBO o la DQO. Los ensayos de COT no constituyen un reemplazo a los ensayos de la DBO y la DQO.

Con el fin de determinar el carbono enlazado orgánicamente, las moléculas orgánicas se deben deshacer a unidades de carbono sencillas y se deben convertir en una forma molecular simple que pueda ser determinada cuantitativamente. Los métodos para analizar el COT utilizan calor, oxígeno, radiación ultravioleta, oxidantes químicos o combinaciones de estos oxidantes para convertir el carbono orgánico en bióxido de carbono (CO₂). El CO₂ se puede medir directamente por un analizador infrarrojo no disperso, se puede reducir a metano midiéndolo posteriormente con un detector de ionización con llama, o simplemente el CO₂ se puede titular químicamente.

Fracciones del Carbono Total. Los métodos y los equipos utilizados en la medición de COT analizan las fracciones de carbono total (CT) y miden el COT por dos o más formas. Las fracciones del carbono total se definen de la siguiente manera: carbono inorgánico (CI) – que son los carbonatos, bicarbonatos y CO₂ disuelto; carbono orgánico total (COT) – que son todos los átomos de carbono unidos por enlaces covalentes en moléculas orgánicas; carbono orgánico disuelto (COD) – es la fracción de COT que pasa por un filtro con porosidad de 0.45 micrómetros de diámetro; carbono orgánico particulado (COP) – también conocido como carbono orgánico no disuelto, es la fracción del COT retenido en el filtro con porosidad de 0.45 micrómetros de diámetro; carbono orgánico volátil (COV) – también conocido como carbono orgánico purgable, es la fracción de COT que se remueve de una solución acuosa mediante desalojo de gas bajo ciertas condiciones; y carbono orgánico no purgable (CONP) – es la fracción del COT que no se remueve por desalojo de gas.

Limitaciones e interferencias

En la mayoría de las aguas, la fracción del CI es mucho mayor que la fracción de COT. Eliminar o compensar las interferencias de CI, requiere de múltiples determinaciones para medir el COT verdadero. Las interferencias del CI se pueden eliminar acidificando las muestras a un pH de 2 o menos con el fin de convertir las especies de CI en CO₂. Seguidamente, se purga la muestra con un gas purificado para remover el CO₂ por volatilización. La purga de la muestra también remueve el COP y por consiguiente la medición de carbono orgánico realizada después de eliminar las interferencias del CI, es básicamente una medición del CONP. En otras palabras, se mide el COV para determinar el COT. En muchas aguas superficiales y subterráneas la contribución del COV al COT es despreciable. Consecuentemente, en la práctica, la determinación del CONP se sustituye por la del COT.

Como alternativa, las interferencias del CI se pueden compensar realizando mediciones separadas del carbono total (CT) y el carbono inorgánico. La diferencia entre el CT y el CI da COT.

La fracción purgable del COT está dada por algunas condiciones específicas y el equipo utilizado. Por ejemplo, la temperatura y salinidad de la muestra, así como la tasa de flujo del gas, el tipo de difusor de gas, las dimensiones del vaso de purga, el volumen de purga y el tiempo de purgado afectan el fraccionamiento del COT en porciones purgables y no purgables. Cuando se analizan separadamente el COV y el CONP en una misma muestra, se utilizan condiciones idénticas de purgado durante la medición de COV así como cuando se realiza la purga para preparar la porción de CONP para el análisis. Cuando se hacen comparaciones de resultados de COV o CONP entre diferentes laboratorios o diferentes equipos, se deben tener en cuenta las condiciones de purgado.

El método de combustión infrarroja ha sido utilizado para una gran variedad de muestras; sin embargo, su exactitud depende de la reducción del tamaño de las partículas ya que emplea jeringas de orificio pequeño.

1.22. NITRITOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

Los nitritos se forman en la biodegradación de nitratos, nitrógeno amoniacal y otros compuestos orgánicos nitrogenados y se utiliza como indicador de contaminación fecal en aguas naturales. No se consideran tóxicos en pequeñas concentraciones, pero en grandes cantidades su consumo tiene efecto diurético. El método colorimétrico (espectrofotometría) de determinación de nitratos es aplicable a aguas residuales, efluentes y aguas contaminadas en un rango de concentraciones entre 0.006 y 0.20 mg N-NO₂/L.

RESUMEN: El nitrito (NO^-) se determina a través de la formación de un colorante azo rojizo producido a un pH de 2,0 a 2,5 por acoplamiento de sulfanilamida diazotada con dihidrocloruro de N(1-naftil)-etilendiamina (diclorhidrato de NED). El aplicable del método para las mediciones espectrofotométricas es de 10 a 1.000 μg de NO^- / L (0,010 a 1 mg/L). Las mediciones fotométricas se pueden realizar en el rango de 5 a 50 μg N/L (0,005 a 0,050 mg/L), si se utiliza un trayecto de luz de 5 cm y un filtro de color verde. El sistema de color obedece la ley de Beer hasta 180 μg N / L (0,180 mg/L) con un trayecto de luz de 1 cm a 543 nm. Concentraciones más altas de NO^- se pueden determinar diluyendo una muestra.

El nitrógeno de nitritos raras veces aparece en concentraciones mayores de 1 mg/L, aun en fuentes de plantas de tratamiento de aguas residuales. En aguas superficiales y subterráneas su concentración por lo general es menor de 0.1 mg/L. Su presencia indica, por lo regular, procesos activos biológicos en el agua, ya que es fácil y rápidamente convertido en nitrato.

INTERFERENCIAS: La incompatibilidad química hace improbable que el NO_2^- , el cloro libre o el tricloruro de nitrógeno (NCl_3) coexistirán. NCl_3 imparte un color rojo falso cuando se añade reactivo de color. Los iones siguientes interfieren debido a la precipitación en condiciones de prueba y deben estar ausentes: Sb^{+3} , Au^{+3} , Bi^{+3} , Fe^{+3} , Pb^{+2} , Hg^{+2} , Ag^+ , cloroplatinato (PtCl_3^-) y meta vanadato (VO_3^-). El ion cúprico puede causar bajos resultados catalizando la descomposición de la sal de diazonio. Los iones de color que alteran el sistema de color también deben estar ausentes. Eliminar los sólidos en suspensión por filtración.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- ☐ No utilice preservación ácida para las muestras que se analizarán para NO^- . Colecte la muestra en envase de vidrio ámbar o plástico y no le adicione ningún preservante.
- ☐ Tamaño mínimo de muestra para determinar NO_2^- es de 100 mL. Se puede tomar de la muestra recibida para Fósforo Soluble siempre y cuando el volumen sea suficiente para los dos analitos.
- ☐ La determinación debe hacerse lo más pronto posible una vez recogida la muestra para prevenir la posible conversión bacteriana de NO^- a NO_3^- o NH_4^+ . Para conservación a corto plazo durante 1 a 2 días, guardar congelar a -20°C o almacenar a 4°C . Filtrar únicamente en el momento de realizar el análisis.

1.23. NITRATOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La técnica de monitoreo espectrofotométrico ultravioleta (UV) se emplea para medir la absorbancia del nitrato (NO_3^-) a 220 nm y es adecuada para la determinación rápida de NO_3^- y el monitoreo de aguas con bajo contenido de materia orgánica, como aguas naturales sin contaminar y fuentes de agua potable.

RESUMEN: La materia orgánica disuelta también puede absorber a 220 nm y el NO_3^- no absorbe a 275 nm, por lo tanto, se usa una segunda medición a 275 nm para corregir el valor de NO_3^- . La aplicación de esta corrección empírica está relacionada con la naturaleza y concentración de materia orgánica y puede variar de una muestra a otra.

La filtración de muestra tiene la intención de remover la posible interferencia de partículas suspendidas. La acidificación con HCl 1N está designada para prevenir la interferencia de concentraciones de hidróxido o carbonato hasta de 1000 mg CaCO₃/L. El cloruro no tiene efecto en la determinación.

INTERFERENCIAS

1. La materia orgánica disuelta, los agentes tensoactivos, el NO⁻, y el Cr⁶⁺ interfieren.
2. Varios iones inorgánicos que normalmente no se encuentran en ²aguas naturales, tales como clorito y clorato, pueden interferir. Se pueden preparar curvas de corrección individuales para compensar la interferencia de las sustancias inorgánicas, por medio de análisis independientes de sus concentraciones.
3. El método espectrofotométrico requiere una muestra ópticamente limpia, por lo cual las muestras turbias se deben filtrar a través de un filtro de membrana de 0,45 µm de diámetro de poro.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- ☐ Se debe realizar la recolección de la muestra en envase plástico de 500 ml, previamente lavado con ácido sulfúrico (H₂SO₄).
- ☐ Si es necesario el almacenamiento, guardar hasta por 24 h a 4°C; para almacenamientos más prolongados, preservar

1.24. FLUORUROS Y RESIDUAL DE COAGULANTE UTILIZADO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los *fluoruros* son compuestos químicos que contienen flúor, un elemento halógeno que se encuentra naturalmente en los suelos y aguas.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- 1.24.1. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio.
- 1.24.2. Refrigerar la muestra a <6 °C.

1.25. CALCIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El calcio es un elemento químico, de símbolo Ca y de número atómico 40 Según el Reglamento de Calidad de Agua Potable N° 32327 de la Presidencia de la República y el Ministerio de Salud, la concentración de calcio se encuentra en el segundo nivel de control de calidad y se le establece un valor recomendado de 100 ppm.

1.26. ALCANIDAD TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La alcalinidad total es otro parámetro importante de controlar, ya que ayuda a verificar si el agua presenta la concentración adecuada de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos que hacen que no disminuya el pH en presencia de ácidos. la alcalinidad total se define como la cantidad de ácido

necesario para llevar una muestra a un pH de 4,5 (el segundo punto de equivalencia de valoración del ion carbonato). A grosso modo, la alcalinidad total equivale al contenido total del agua de iones hidroxilo, carbonato y bicarbonato.

1.27. CLORUROS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

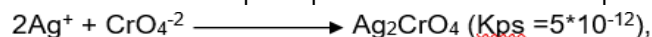
ALCANCE Y APLICACIÓN: es recomendable para agua con concentraciones entre 1,5 y 100 mg/l de cloruros. Este método es aplicable para la determinación de cloruros en aguas potables o superficiales, siempre que no tengan excesivo color o turbidez. Se basa en el método de Mohr. Sobre una muestra ligeramente alcalina, con pH entre 7 y 10, se añade disolución de AgNO_3 valorante, y disolución indicadora K_2CrO_4 .

RESUMEN: El método de Mohr o argentométrico (volumétrico): la presencia de cloruros se valora empleando una solución de nitrato de plata 0.0141 N (titulante); en la titulación el ión cloruro se precipita como cloruro de



plata.

El indicador que puede demostrar un exceso de Ag^+ es el cromato de potasio. Cuando la concentración del cloruro se reduce, la concentración del ión plata aumenta a un nivel en el cual se excede el producto de solubilidad del cromato de plata que se manifiesta como un precipitado marrón rojizo.



Esto se toma como evidencia de que todo el cloruro se ha precipitado. INTERFERENCIAS: No interfieren las sustancias en las cantidades encontradas normalmente en el agua potable. No obstante:

El bromuro, yoduro y cianuro se registran como las concentraciones equivalentes de cloruro.

Los iones sulfuro, tiosulfato, y sulfito interfieren, pero se pueden eliminar con un tratamiento de peróxido de hidrógeno.

El ortofosfato en concentración mayor de 25 mg/L, interfiere por precipitar como fosfato de plata.

El hierro por encima de 10 mg/L interfiere por enmascarar el punto final.

Interfieren también, el color y la turbidez. El color puede eliminarse, tratando la muestra con un alumbre de Aluminio.

EQUIPOS Y MATERIALES:

- 1 probeta de 100 mL Beakers
- Cápsula Pipetas Pipeteadores
- Agitador de vidrio Potenciómetro
- 100 mL de muestra REACTIVOS
- mL de $\text{Al}(\text{OH})_3$
- 1 mL de H_2O_2 al 30%
- Ácido sulfúrico o NaOH para ajuste de pH entre 7 y 10. 1 mL de cromato de potasio K_2CrO_4 .
- AgNO_3 0,0141 N

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: La toma de muestra se debe realizar en un recipiente limpio de vidrio o plástico químicamente resistente. Para las muestras de agua potable, en condiciones normales, no es necesario realizar ningún tratamiento previo.

PROCEDIMIENTO

Medir Vol M: 100 ml de muestra.

Si la muestra presenta color excesivo adicionar 3 ml de suspensión¹ de $\text{Al}(\text{OH})_3$, filtre, lave y combine el filtrado con el agua de lavado.

Si se presentan sulfitos, sulfuro o tiosulfato adicionar 1 ml de H_2O_2 al 30%.

Medir el pH a la muestra, si se encuentra entre [7 y 10] continuar con el procedimiento, de lo contrario ajuste el pH con ácido sulfúrico o NaOH, según se requiera. Esto se realiza con el fin de evitar que se precipite el ión Ag^+ como AgOH a niveles altos de pH y el CrO_4^{2-} se convierta en $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ a niveles bajos de pH.

Agregar 1 ml de cromato de potasio K_2CrO_4 , la muestra tomará un color amarillo claro. Agitar hasta homogeneizar.

Efectuar la valoración, agregando gota a gota AgNO_3 0.0141N hasta cambio de color a amarillo rojizo.

Repetir el procedimiento anterior para el blanco de reactivos (agua destilada). Puede emplearse alrededor de 0.2 – 0.3 ml de titulante.

Cálculos:

$$\text{Cl-(mg/l)} = \frac{(\text{V}_a - \text{V}_b) \cdot N_{\text{AgNO}_3} \cdot 35450}{\text{Vol M (ml)}}$$

Donde:

V_a = volumen de titulante requerido para valorar la muestra problema (ml) V_b = volumen de titulante requerido para valorar el blanco de reactivos (ml)

CONTROL DE CALIDAD

Si la muestra presenta color excesivo adicionar 3 ml de suspensión¹ de $\text{Al}(\text{OH})_3$, filtre, lave y combine el filtrado con el agua de lavado.

Realizar el procedimiento para el blanco de reactivos (agua destilada).

1.28. ALUMINIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

▮ **ALCANCE Y APLICACIÓN:** La concentración de aluminio en el agua puede variar considerablemente: las concentraciones en aguas con valores de pH casi neutros suelen oscilar entre 0,001 y 0,05 mg/L, pero aumentan a 0,5-1 mg/L en aguas más ácidas o en aguas ricas en materia orgánica. El aluminio es el metal más abundante en la corteza terrestre y el tercer elemento más común. Forma parte de muchos suelos y minerales. Es bastante reactivo y no se encuentra libre en la naturaleza, aunque una vez purificado y refinado forma una capa de óxido protectora que lo protege del deterioro. En el agua potable o residual, el aluminio se agrega en forma de alumbre sulfato de aluminio, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$, una sal soluble que para precipita impurezas junto con el hidróxido de aluminio que se forma. Debe controlarse el pH y la adición de alumbre en este proceso para que el

aluminio precipite bien y no se vaya disuelto con el efluente producido.

1.29.TENSOACTIVOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los tensoactivos o surfactantes se encuentran presentes en diferentes dosificaciones incorporados en detergentes, champús, lubricantes, dulces, cremas, pinturas. Los tensoactivos aniónicos se encuentran entre las muchas sustancias naturales y sintéticas activas al azul de metileno. El método es relativamente simple y preciso, comprende tres extracciones sucesivas desde un medio acuoso ácido con exceso de azul de metileno a una fase orgánica de cloroformo, seguida de la lectura del color azul de dicha fase orgánica mediante espectrofotometría a 652 nm.

El método es aplicable para la determinación de tensoactivos aniónicos en aguas superficiales y en aguas residuales, pero debe tenerse en cuenta la posible presencia de otro tipo de sustancias activas al azul de metileno.

Mediante este método es posible la determinación de concentraciones de SAAM a partir de 0.50 mg/L en las condiciones de trabajo del laboratorio.

RESUMEN:

INTERFERENCIAS: Las interferencias positivas resultan por la presencia de otras especies activas al azul de metileno. Los sulfonatos orgánicos, sulfatos, carboxilatos, fenoles, los tiocianatos inorgánicos, cianatos, nitratos y cloruros pueden en mayor o menor grado transferir el azul de metileno a la fase clorofórmica.

Las interferencias negativas son causadas por la presencia de tensoactivos catiónicos y otros cationes como las aminas puesto que estas compiten con el azul de metileno en la formación de pares iónicos. El material particulado puede dar interferencia negativa por la absorción de sustancias activas al azul de metileno.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- ☐ Tome muestras representativas en recipientes de 1000 ml de vidrio
- ☐ La muestra no debe contener espuma, en caso contrario se debe mezclar muy bien la muestra agitando suavemente después del muestreo.
- ☐ Preservar la muestra enfriando entre 2-5°C. Tiempo máximo de preservación 48 horas.
- ☐

1.30. DBO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La demanda bioquímica de oxígeno (DBO) tiene un periodo de prueba de 5, 7 o 10 días, dicho análisis mide la cantidad de oxígeno consumido por las bacterias al oxidar la materia orgánica en una muestra de agua. De esta manera la presente prueba se utiliza para medir las cargas de los residuos en las plantas de tratamiento de aguas y determinar la eficiencia del mismo.

RESÚMEN DEL MÉTODO

- I Prepare el blanco siguiendo el procedimiento correspondiente. Realice
- J la preparación de cada una de las muestras a analizar.
- Colocar las muestras en el equipo, definir la duración de la prueba e iniciar la prueba siguiendo

los pasos adecuados para cada uno de los canales (muestras).

INTERFERENCIAS

- Se debe mantener la temperatura de incubación de la muestra.
- Materiales tóxicos en las muestras analizadas pueden causar valores bajos de la DBO.
- Cualquier rastro de cloro debe ser eliminado de la muestra antes de ser analizada, manteniéndola a temperatura de laboratorio entre 1 o 2 horas antes de la prueba para disminuir las concentraciones bajas de cloro.
- Bajos resultados de DBO pueden darse cuando el pH de la muestra no se encuentra entre 6 y 8 unidades (utilice ácido sulfúrico 1N para neutralizar muestras caústicas o hidróxido de sodio 1N para neutralizar muestras ácidas).

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio. Refrigerar la muestra a $<6^{\circ}\text{C}$.
- Procurar que la muestra sea almacenada máximo por 48 horas.
-

1.31. DQO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La Demanda Química de Oxígeno o DQO es un parámetro que mide la cantidad de sustancias susceptibles de oxidación por medios químicos disueltos o en suspensión en una muestra líquida, es decir indica el grado de contaminación en mgO_2/L . Es un método ampliamente usado como una medida de los contaminantes en aguas residuales y naturales, en el cual la cantidad de oxígeno consumido por la oxidación de un oxidante específico ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) es expresado en términos de oxígeno equivalente o requerido para su transformación y oxidación a gas carbónico y agua.

Este parámetro mide la cantidad de materia orgánica y materia susceptible de oxidación química (materia biodegradable y no biodegradable).

RESÚMEN DEL MÉTODO

- Estandarizar la solución FAS diariamente con la solución de dicromato de potasio.
- Realizar el tratamiento o digestión de la muestra siguiendo el procedimiento respectivo.

INTERFERENCIAS

- La más común es el ion cloruro, el cual reacciona con el ion plata y precipita cloruro de plata y así inhibe la acción catalítica de la plata.
- Bromo, yodo y otros iones que inactiven el ion plata pueden interferir de forma similar.
- A pesar de un procedimiento riguroso para el análisis de la DQO el cloruro, yodo y bromo pueden reaccionar con el dicromato de potasio formas elementales de halógenos y el ion cromo. Interferencias de halógenos pueden ser removidos por precipitación con el ion plata y filtrar antes de realizar la digestión.
- El amoníaco y sus derivados en el agua o generado por contenido de nitrógeno orgánico no son oxidados, el cloro elemental reacciona con estos componentes, por lo que las interferencias por cloruros son difíciles.
- Los nitratos (NO_3^-) ejercen DQO de $1.1 \text{ mg O}_2/\text{mg NO}_3^- \text{—N}$ ya que las concentraciones de este compuesto en aguas rara vez exceden 1 a $2 \text{ mg NO}_3^- \text{—N/L}$, de esta manera las interferencias por nitratos son consideradas insignificantes y generalmente ignoradas.

□ La plata, cromo hexavalente y sales de mercurio usadas en la determinación de la DQO crean desechos peligrosos, el mayor problema es por el uso de mercurio.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Las muestras deben ser recolectadas en envases de plástico, vidrio o fluoropolímeros. Se debe tener un volumen de muestra mínimo de 100 mL la cual debe ser analizada lo más pronto posible.

En caso de demora en el análisis de la muestra se deberá adicionar a la misma H_2SO_4 apH menor a 2 y refrigerar a menos de 6°C . Es recomendable que la muestra se almacene máximo 7 días.

1.32. OD

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

En el Laboratorio del IDEAM se aplica este método para analizar muestras de agua superficial, residual doméstica e industrial, en un rango de medida de 0.0 a 19.99 mg/L aplicando el método recomendado en el Standard Methods 19ed. 1995. 1.4 La muestra obtenida se trata con sulfato manganoso (MnSO_4), hidróxido de sodio (NaOH) y yoduro de potasio (KI), estos dos últimos reactivos combinados en una solución única, y finalmente se acidifica con ácido sulfúrico (H_2SO_4).

Inicialmente se obtiene un precipitado de hidróxido manganoso, $\text{Mn}(\text{OH})_2$, el cual se combina con el OD presente en la muestra para formar un precipitado carmelito de hidróxido mangánico, $\text{MnO}(\text{OH})_2$; con la acidificación, el hidróxido mangánico forma el sulfato mangánico que actúa como agente oxidante para liberar yodo del yoduro de potasio. El yodo libre es el equivalente estequiométrico del OD en la muestra y se valora con una solución estándar de tiosulfato de sodio 0.025N. Para minimizar el efecto de los materiales interferentes existen algunas modificaciones del método yodométrico.

La modificación de la azida elimina la interferencia causada por los nitritos (esta es la más común en efluentes tratados biológicamente y en muestras incubadas para la prueba de la DBO); se emplea en el análisis del OD en la mayoría de aguas residuales, efluentes y aguas superficiales, especialmente si las muestras tienen concentraciones mayores de $50 \mu\text{g NO}_2 - \text{N/L}$ y no más de 1 mg de hierro ferroso/L. Los compuestos oxidantes y reductores interfieren en la determinación.

RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

La validación se encuentra en proceso, se ha realizado la etapa de prevalidación. Límite de Detección del Método: no aplica. La lectura en este método es de 0.0 mg O_2/L Rango de lectura: 0.0 a 19.9 mg O_2/L

TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

- Realice el muestreo de acuerdo a lo establecido en el Procedimiento de Muestras TP0079 Toma y preservación de muestras. Las muestras deben ser analizadas inmediatamente se toman.
- Si el muestreo es integral, tan pronto se ha integrado la muestra sumerja la botella winkler de 300 mL de capacidad y llene la botella hasta rebosar aproximadamente 10 segundos sin permitir la entrada de aire atmosférico, no agite, tape inmediatamente para evitar la formación de burbujas, analice inmediatamente.

- Si el muestreo es puntual o sencillo, emplee un muestreador tipo Kemmerer. Deje salir la muestra del fondo del muestreador a través de un tubo que llega hasta el fondo de la botella para winkler de 300 mL de capacidad. Llene la botella y déjela rebosar aproximadamente 10 segundos; prevenir la turbulencia y la entrada de aire atmosférico durante el llenado, no agite, tape inmediatamente para evitar la formación de burbujas, analice inmediatamente.

1.33. DUREZA TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Según la clasificación de la Organización Mundial de la Salud (OMS), se define como agua blanda la que presenta concentraciones inferiores a 60 mg/L de carbonato de calcio (CaCO_3), medianamente dura entre 61 y 120 mg/L, dura entre 121 y 180 mg/L y muy dura aquella con valores superiores a 180 mg/L. La dureza, por lo general, se expresa como el número equivalente de miligramos de carbonato de calcio (CaCO_3) por litro. Es decir, si la concentración total de Ca^{2+} y Mg^{2+} es 1 mM, se dice que la dureza es 100 mg L⁻¹ de CaCO_3 (= 1 mM de CaCO_3).

1.34. HIERRO TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Hierro es un elemento químico metálico de color blanco, y es el cuarto elemento más abundante en la corteza terrestre. Hierro disuelto que alcanza aguas superficiales reacciona con oxígeno para formar herrumbre y precipita en el fondo del flujo de agua.

La cosa que más notarás en el agua con alto contenido de hierro es que el agua puede tener un sabor metálico. El agua podría decolorarse y parecer de color marrón, y puede incluso contener sedimentos. El hierro dejará manchas de color rojo o naranja en el lavabo, WC y bañera o ducha.

1.35. MAGNESIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El magnesio es un elemento abundante en la naturaleza: existe en vetas de carbonato y está presente en aguas naturales por su alta solubilidad en agua. Es uno de los iones más abundantes del agua de mar. El magnesio es un elemento abundante en la naturaleza: existe en vetas de carbonato y está presente en aguas naturales por su alta solubilidad en agua. Es uno de los iones más abundantes del agua de mar. El magnesio es un metal ligero, por lo que con él se forma aleaciones estructurales de peso liviano. Es vital para los seres vivos ya que los iones intervienen en la manipulación de proteínas, ácidos nucleicos y azúcares. La clorofila tiene un átomo de magnesio, por lo que este elemento tiene importancia extra en las plantas y comúnmente se agrega a fertilizantes.

El rango normal del nivel de magnesio en la sangre es de 1.7 a 2.2 mg/dL (de 0.85 a 1.10 mmol/L). Los rangos de los valores normales pueden variar ligeramente entre diferentes laboratorios.

1.36. MANGANESO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El manganeso se encuentra en la Tabla Periódica en el Grupo VII, Período 4, tiene la configuración electrónica: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2$. Se encuentran compuestos con estados de oxidación desde +1 hasta +7, siendo los estados más comunes: +2, +4 y +7. El manganeso es un metal más suave que el hierro. Se añade una fracción al acero para impartirle

dureza y usarlo en piezas de alta resistencia como rieles de tren, placas de blindaje o piezas de molienda.

El manganeso es un elemento traza esencial para el funcionamiento de varias enzimas; sin embargo, es tóxico para el sistema nervioso a dosis altas, especialmente por inhalación. Esto es importante en algunos ambientes como la soldadura, que pueden liberar vapores de manganeso.

En el agua, el manganeso está presente como dióxido de manganeso. A concentraciones altas forma depósitos negros que manchan el baño y la ropa. El límite de la norma mexicana para el agua potable es de 0,15 mg / L para prevenir estas consecuencias (el manganeso sólo es tóxico a concentraciones varias veces mayores).

1.37. MOLIBDENO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El molibdeno es un mineral esencial en para la vida. No solo se utiliza para proveer la mejor calidad de agua potable en todo el mundo, sino que también es parte del cuerpo humano y de gran cantidad de alimentos. Es un metal plateado; tiene el sexto punto de fusión más alto entre los elementos. El molibdeno no se encuentra como metal libre en la naturaleza, sino en varios estados de oxidación en los minerales. Industrialmente, los compuestos de molibdeno se emplean en aplicaciones de alta presión y alta temperatura, como pigmentos y catalizadores.

La mayoría de los compuestos de molibdeno tienen baja solubilidad en agua, pero el ion de molibdato MoO_4^{2-} es soluble y se forma cuando los minerales que contienen molibdeno están en contacto con el oxígeno y el agua. Algunas teorías recientes sugieren que la liberación de oxígeno era importante en la eliminación de molibdeno de un mineral en una forma soluble en los océanos primitivos, donde se utiliza como catalizador de los organismos unicelulares. Esta secuencia puede haber sido importante en la historia de la vida, porque las enzimas que contienen molibdeno se convirtieron en los catalizadores más importantes utilizados por algunas bacterias para descomponer en átomos las moléculas de nitrógeno. Esto, a su vez permitió al nitrógeno impulsar biológicamente la fertilización de los océanos, y por lo tanto el desarrollo de organismos más complejos.

Al menos 50 enzimas que contienen molibdeno son conocidas en bacterias y animales, aunque solo las enzimas de bacterias y cyanobacterias están involucradas en la fijación de nitrógeno. Debido a las diversas funciones del resto de las enzimas, el molibdeno es un elemento necesario para la vida en organismos superiores, aunque no en todas las bacterias.

1.38. SULFATOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Sulfato (SO_4) se puede encontrar en casi todas las aguas naturales. Sulfato es uno de los principales componentes disueltos de lluvia. La alta concentración de sulfatos en el agua de bebida puede tener un efecto laxante cuando se combina con el calcio y el magnesio, los dos componentes más comunes de la dureza. Los sulfatos pueden tener su origen en que las aguas atraviesen terrenos ricos en yesos o a la contaminación con aguas residuales industriales.

El contenido de sulfatos no suele presentar problema de potabilidad a las aguas de consumo, pero, en ocasiones, contenidos superiores a 300 mg/l pueden ocasionar trastornos gastrointestinales en los niños. Se sabe que los sulfatos de sodio y magnesio pueden tener acción laxante, por lo que no es deseable un exceso de los mismos en las aguas de bebida.

La reglamentación técnico-sanitaria española establece como valor orientador de calidad 250 mg/l y como límite máximo tolerable 400 mg/l, concentración máxima admisible.

Los sulfatos pueden tener su origen en que las aguas atraviesen terrenos ricos en yesos o a la contaminación con aguas residuales industriales. El contenido de sulfatos no suele presentar problema de potabilidad a las aguas de consumo, pero, en ocasiones, contenidos superiores a 300 mg/l pueden ocasionar trastornos gastrointestinales en los niños. Se sabe que los sulfatos de sodio y magnesio pueden tener acción laxante, por lo que no es deseable un exceso de los mismos en las aguas de bebida. La reglamentación técnico-sanitaria española establece como valor orientador de calidad 250 mg/l y como límite máximo tolerable 400 mg/l, concentración máxima admisible. La determinación del contenido de sulfatos puede hacerse por diferentes métodos. Uno de ellos es el Test rápido de sulfatos.

El Método gravimétrico, mediante precipitación con cloruro de bario, es un método muy preciso y aplicable a concentraciones superiores a 10 mg/l. Los resultados previamente precipitados con cloruro bórico, en medio ácido, son secados a 110°C y calcinados a 600°C.

El ión sulfato SO_4^{2-} precipita, en un medio de ácido acético, con ión Ba^{2+} de modo que forma cristales de sulfato de bario BaSO_4 de tamaño uniforme, los que deben mantenerse en suspensión homogénea durante un periodo de tiempo que resulte suficiente para medirla absorbancia que la misma produzca. El contenido de SO_4^{2-} de cada muestra se obtiene a partir de la curva de calibrado previamente obtenida.

En esta técnica interfieren fundamentalmente el color y la turbidez. Esta puede eliminarse por filtración o centrifugación. La interferencia del color puede soslayarse utilizando la muestra coloreada como testigo, a la que o se le agrega reactivo de la disolución precipitante de bario, o empleando como instrumento de medida un nefelómetro de doble posición de cubeta, con lo que elimina la influencia del color.

RESÚMEN DEL MÉTODO: El Método volumétrico consiste en la determinación de los iones sulfatos por volumetría en presencia de sulfato de bario y en medio alcohólico. Este método es aplicable para la determinación de sulfatos en concentración inferior a 100 mg/l. El contenido de sulfatos se determina por valoración con sal sódica del EDTA, del cloruro de bario que no se utilizó en la precipitación de los sulfatos. El Método nefelométrico, mediante turbidímetro nefelométrico, es menos preciso que el gravimétrico para concentraciones inferiores a 10 mg/l. Se recomienda, preferentemente, para la determinación de sulfatos en aguas con contenidos superiores a 60 mg/l y siempre que se disponga de turbidímetro. Este método no es recomendable para aguas con color, materias en suspensión o con elevado contenido en materias orgánicas.

1.39. ZINC

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El zinc o cinc es un elemento químico metálico, presente en la Tabla periódica en el grupo 12, parte de los metales de transición. Su número atómico es 30 y su símbolo Zn, proveniente de su nombre original en alemán: *Zink*, proveniente de *Zinken* (“dientes”, “picos”), en alusión al aspecto filoso de la mineral calamina, en el cual es abundante este. El zinc es un elemento común, de importancia biológica y de numerosas aplicaciones industriales, sobre todo como parte de aleaciones metálicas.

Es un metal muy reactivo con cuatro estados metaestables, e isótopos radiactivos con vida media menor a las 14 horas de duración (excepto un par). Se trata de un elemento metálico, semejante al magnesio y al cadmio, sumamente activo químicamente.

Es siempre divalente en sus compuestos, soluble en ácidos liberando átomos de hidrógeno formando iones

cationes (Zn^{+2}), o en soluciones fuertemente alcalinas para formar tetrahidroxozincatos ($\text{Zn}[\text{OH}]^{2-}$).

El cinc se disuelve en agua como ZnOH^+ (aq) o Zn^{2+} (aq). El ZnCO_3 aniónico tiene una solubilidad de 0.21 g/L. Como ejemplos de solubilidad de los derivados de cinc se proponen: cloruro de cinc (ZnCl_2) 4320 g/L, y óxido de cinc (ZnO) y vitriolo blanco u óxido de cinc heptahidratado (ZnSO_4).

1.40. FOSFATOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El método propuesto para determinar fosfatos se basa en la formación de un heteropoliácido con el reactivo vanado-molibdico (de color amarillo y soluble en agua) cuya absorción de luz se mide a 420 nm. Para el ortofosfato, la formación de este complejo tiene lugar según la reacción: $(\text{PO}_4)^{3-} + (\text{VO}_3)^{-} + 11(\text{MoO}_4)^{2-} + 22 \text{H}^+ \leftrightarrow \text{P}(\text{VMo}_{11}\text{O}_{40})^{3-} + 11 \text{H}_2\text{O}$ (1) En esta identificación interfieren concentraciones apreciables de $\text{Fe}(\text{III})$, silicato y arseniato, entre otras especies. Es decir, estas especies absorben luz a la longitud de onda utilizada (420 nm, absorción del $\text{P}(\text{VMo}_{11}\text{O}_{40})^{3-}$).

Para eliminar dicha interferencia se preparará un blanco (sin fosfato) cuya absorbancia se restará de la del resto de las muestras. Adicionalmente, es posible que la absorbancia del complejo se vea afectada por efectos de matriz. La matriz puede potenciar o atenuar la absorbancia de luz por el complejo, lo cual puede conducir a resultados erróneos. Para minimizar este efecto, aplicaremos el método de adiciones estándar, que consiste en la adición de cantidades crecientes del analito de interés (fosfato en nuestro caso) a una cantidad fija de muestra. Este procedimiento resulta más efectivo que un calibrado externo (recta de calibrado con disoluciones patrón) cuando la matriz interfiere en la detección.

En esta práctica estudiaremos la importancia de los efectos de matriz, determinando la concentración de fosfato mediante ambos métodos y comparando los resultados.

1.41. FOSFORO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El fósforo es un elemento esencial en el crecimiento de plantas y animales. Actualmente se considera como uno de los nutrientes que controlan el crecimiento de algas, el fósforo se encuentra en aguas naturales y residuales casi exclusivamente como fosfatos, los cuales se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro-, meta-, y otros polis fosfatos) y fosfatos orgánicos. El empleo de detergentes, los cuales contienen grandes cantidades de fósforo, ha aumentado el contenido de fosfato en las aguas residuales domésticas y ha contribuido al problema de incremento del mismo en las fuentes receptoras, se usan polis fosfatos como medio de control de corrosión. Las formas de importancia del fósforo en aguas son las siguientes:

- Ortofosfatos (fósforo soluble)
- Polifosfatos: pirofosfatos, tripolifosfatos y metafosfatos
- Fosfatos orgánicos

El contenido de fósforo ácido hidrolizable de una muestra es definido operacionalmente como la diferencia entre el fósforo reactivo medido en una muestra no tratada y el fosfato que se encuentra después de una digestión suave. Generalmente, esta incluye fosfatos condensados tales como piro-, tripoly-, y especies de muy alto peso molecular tales como hexametafosfato.

En resumen, algunas aguas naturales contienen compuestos orgánicos de fosfato que son hidrolizados a

ortofosfato bajo las condiciones del ensayo. Las polifosfatos generalmente no responden al ensayo de fósforo reactivo, pero pueden ser hidrolizados a ortofosfato por digestión con ácido

El método de digestión utilizado es el del ácido sulfúrico - ácido nítrico, recomendado en el Standard Methods 20ed., para la mayoría de las muestras y además presenta recuperaciones adecuadas.

En el Laboratorio del IDEAM se analizan con este método muestras de agua superficial y residual en un rango de lectura de concentraciones entre 0.05 y 1.0 mg P-PO₄/L, pero el rango de concentración de las muestras esta entre 0.05 y la máxima concentración que pueda ser diluida con precisión.

El análisis de fósforo envuelve dos pasos generales:

(a) conversión de la forma de fósforo total a ortofosfato disuelto, y (b) determinación colorimétrica del ortofosfato disuelto. El molibdato de amonio y el tartrato de antimonio y potasio reaccionan en medio ácido con el ortofosfato para formar un heteropoliácido -ácidofosfomolibdico- que es reducido por ácido ascórbico a un complejo azul de molibdeno intensamente coloreado; sólo las formas de ortofosfato forman dicho color azul en esta prueba.

LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

La presencia de turbidez y color en la muestra debe corregirse elaborando un blanco. Si la turbidez es muy alta y es necesario filtrar la muestra, ésta debe hacerse sólo después de la digestión. Las muestras con bajas concentraciones de fósforo no se deben almacenar en botellas plásticas a menos que se congelen, debido a que los fosfatos se pueden adsorber en las paredes plásticas.

RESULTADOS DE LA ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

La validación indicó que el método es exacto y preciso bajo los lineamientos de calidad del laboratorio. Con un límite de detección del método en 0.050 mg/L y un rango de trabajo hasta 1.0 mg/L. Además, el método permite una recuperación mayor del 95 % del analito en la matriz agua residual. El cuadro de parámetros de la estandarización resume los resultados

Cuadro 1. Resumen de la estandarización.

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LÍMITE DE DETECCIÓN	0.05	mg Ptotal/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE COEFICIENTE VARIACIÓN	6.8	—	A un nivel de 0.05 mg Ptotal/L
	1.5	—	A un nivel de 1.0 mg Ptotal/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2.9	%	A un nivel de 0.05 mg Ptotal/L
	-1.6	%	A un nivel de 1.0 mg Ptotal/L
	2.9	%	Muestra Certificada
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.05 - 1.0	mg Ptotal/L	Sin dilución de la muestra.
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0.05 - 100	mg Ptotal/L	Para una dilución de hasta cien veces.
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	99.7	%	Muestra adicionada baja -M2Ab
	97.7	%	Muestra adicionada alta -M2Aa

TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Colecte las muestras en envases de plástico ó vidrio y presérvelas con ácido sulfúrico concentrado hasta un pH < 2. Las muestras así preservadas tienen un tiempo máximo de espera para el análisis de 28 días.

1.42. BORO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

uno de los micronutrientes esenciales de las plantas. es de gran importancia en la agricultura por sus propiedades regulatorias del crecimiento. especialmente de las hojas'. Cuando el B se asocia con formulaciones orgánicas se obtiene un producto de alta disponibilidad de B para las plantas.

El fertilizante analizado es un líquido, cuya formulación contiene melaza, con mayor concentración de sacarosa, que permite coordinar al boro evitando que precipite dentro de un rango de pH.

1.43. GIARDIA Y CRYPTOSPORIDIUM

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El procedimiento para toma de muestras y análisis de laboratorio debe cumplir con lo establecido en la **guía para la vigilancia por laboratorio de Giardia y Cryptosporidium en muestras de agua, establecida por el Instituto Nacional de Salud.**

Cryptosporidium: Es un parásito protozoario de la subclase Coccidia que se localiza a nivel intracelular en el intestino delgado de humanos y animales. La especie patógena exclusivamente de humanos es *Cryptosporidium hominis* (anteriormente *C. parvum* genotipo 1), la especie reportada tanto en humanos como en varios animales es *C. parvum* (genotipo 2) (Xiao, Fayer, Ryan, & Upton, 2004); sin embargo, hay otras especies propias de animales (mamíferos, reptiles, aves y peces) que pueden afectar a humanos (Xiao et al., 2004).

Giardia:

Es un parásito protozoario patógeno de humanos y animales causante de enfermedad gastrointestinal, se localiza en el intestino delgado, la vía de transmisión es fecal-oral por consumo de agua y alimentos contaminados con quistes. Se han descrito varios genotipos (Botero & Restrepo, 2012), de los cuales, los que se asocian a infección en humanos principalmente son el A1, A2 y el B; en el caso de los animales se han asociado los genotipos C, D y E (Kohli et al., 2008; Ravid, Duque, Arévalo, Nicholls, & Wasserman, 2007).

TOMA DE MUESTRAS: Para la toma y recolección de las muestras se debe garantizar la limpieza del área, no tener desechos o residuos a su alrededor. Para el análisis se requiere un volumen mínimo de 10 L, por lo tanto, se debe garantizar un transporte seguro en un recipiente con tapa rosca y con contratapa para evitar fugas y derrames. Previendo que durante el transporte se pierda contenido, se sugiere recolectar dos litros de más (es decir enviar un total de 12L)

1.44. VIRUS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El número de virus, de manera similar a las bacterias, decrece aproximadamente un orden de magnitud entre aguas costeras ricas en nutrientes y el mar abierto pobre en nutrientes. También se reporta una disminución de entre cinco y diez veces en la zona eufótica a profundidades de 500 m y aún más para profundidades abismales. Como ocurre con las bacterias, los mares fríos son más ricos en poblaciones virales en comparación con las aguas templadas y cálidas. Además, el agua intersticial asociada con los sedimentos es más rica en virus que el agua subyacente (Furhman, 1999).

Sobre la abundancia de virus humanos en sistemas acuáticos, debido a su importancia epidemiológica, existen

trabajos que se han centrado en el desarrollo de métodos de detección y cuantificación. A pesar de que el agua para uso y consumo humano se desinfecta en muchos países, los virus humanos, en especial los entéricos son más resistentes a dichos tratamientos que las bacterias coliformes, que son utilizados como indicadores de calidad de agua a nivel mundial. Vaughn y Novotny (1991) reportan que poliovirus resiste más de 100 veces al ácido hipocloroso que *Escherichia coli*. En otros trabajos se ha mostrado que el agua, tanto dulce como salobre, libre de coliformes, puede contener virus o protozoarios (Vantarakis & Papapetropoulou, 1998; Grabow *et al.*, 1999; Payment *et al.*, 2000) y que los virus entéricos persisten por semanas incluso meses (Nasser & Oman, 1999).

1.45. OLOR Y SABOR

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El sabor y olor son determinaciones organolépticas de determinación subjetiva, para las cuales no existen instrumentos de observación, ni registro, ni unidades de medida. Tienen un interés evidente en las aguas potables destinadas al consumo humano, ya que estas características constituyen el motivo principal de rechazo por parte del consumidor.

En el agua se pueden considerar cuatro sabores básicos: ácido, salado, dulce y amargo.

El sabor se determina por sucesivas diluciones de la muestra original con agua inodora ($T^a \approx 40^\circ\text{C}$) hasta que es indetectable (umbral de percepción), siendo un ensayo muy subjetivo y de escasa reproducibilidad. Las muestras deben conservarse en vidrio un máximo de 6 h a $2 - 5^\circ\text{C}$.

El cuadro muestra los límites de percepción de algunas sales y compuestos presentes en el agua. Límites de percepción de algunas sales y compuestos en el agua (mg/l)

2. CENTRO DE ENTRENAMIENTO ACUÁTICO.

2.1. CLORO RESIDUAL LIBRE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La cloración tanto en agua de abastecimiento como aguas contaminadas sirve principalmente para destruir o desactivar aquellos microorganismos que producen enfermedades, adicionalmente como beneficio en el agua potable, coadyuba a la mejora en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y otras sustancias orgánicas.

La concentración mínima detectable es aproximadamente $40\ \mu\text{g Cl como Cl}_2/\text{L}$ si se usa sulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.01N en este método.

RESUMEN: El principio de este método se basa en la reacción instantánea entre el cloro libre con el N,N-dietil-p-fenilendiamina (DFD) en ausencia de iones yoduro, reacciona en su forma reducida para producir el DFD oxidado de color rojo, el cual se vuelve a reducir valorando con sulfato ferroso amoniacal hasta que el color rojo desaparece. La adición posterior de yoduro de potasio actúa catalíticamente produciendo la liberación de cloro de las cloraminas el cual vuelve a ser valorado en el sistema DFD/ Fe(II) . La adición se realiza de manera gradual para poder determinar las fracciones correspondientes a mono, dicloraminas y tricloruro de nitrógeno. Cuando no se desee ninguna diferenciación entre las especies de Cloro es posible realizar una simplificación del método determinando clorototal.

INTERFERENCIAS:

1.3.1 El dióxido de cloro (ClO_2) aparece con el cloro libre, en la proporción de hasta una quinta

parte de su contenido total de cloro. Puede obtenerse una respuesta completa de ClO_2 , correspondiente a su contenido total de cloro, si la muestra se acidifica primero en presencia del ion yoduro y subsecuentemente se lleva a un pH aproximadamente neutro por adición de Bicarbonato.

1.3.2 El bromo, bromamina y yodo reaccionan con la disolución indicadora de DFD y aparece con el cloro libre. Si se adiciona la disolución de glicina antes de la determinación del cloro libre, éste se convierte en formas no reactivas, quedando nuevamente el bromo y yodo para la reacción con la disolución de DFD. La resta de estos residuos de la medición residual sin glicina permite la diferenciación de cloro libre de bromo y yodo.

1.3.3 La interferencia más significativa encontrada en el agua es el manganeso oxidado. Para corregir esta interferencia se debe poner 5 mL de disolución amortiguadora y 0,5 mL de disolución de arsenito de sodio en el matraz de titulación, añadir 100 mL de muestra y mezclar. Añadir 5 mL de la solución indicadora DFD mezclar y titular con titulante SAF hasta que desaparezca el color rojo, restar este valor a la lectura de clorolibre. Como alternativa se puede usar tioacetamida 0,25 % añadiendo 0,5 mL a cada 100 mL de muestra.

1.3.4 Hay interferencias por cobre en concentraciones mayores a 10 mg Cu/L, esto se evita adicionando EDTA a los reactivos. El cromato en concentraciones mayores a 2 mg/L también causa interferencia, añadir cloruro de bario para enmascarar esta interferencia por precipitación.

1.3.5 Dado que se utilizan altas concentraciones de yoduro para medir el cloro combinado y las trazas de yoduro incrementan notablemente la interferencia de cloramina durante las mediciones de cloro libre, evitar la contaminación de yoduro lavando el material de vidrio entre cada muestra o usando material separado.

1.3.6 Control del pH. Para obtener resultados precisos, es esencial tener cuidado en el control del pH. Un pH apropiado es aquel que está entre 6,2 a 6,5 dado que el cambio brusco de la coloración permite una mejor apreciación del punto final de la titulación. Un pH demasiado bajo en el primer paso tiende a hacer que la monoclорamina aparezca en el paso de cloro libre y la dicloramina en el paso de monoclорamina. Un pH demasiado alto causa que el Oxígeno disuelto aporte color.

1.3.7 Control de la temperatura. En todos los métodos de diferenciación de cloro libre y las cloraminas, las temperaturas altas incrementan la tendencia de las cloraminas a reaccionar y dirigir un incremento aparente de los resultados de cloro libre. Las temperaturas altas incrementan también la desaparición del color.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

1.3.8 Deben colectarse al menos 500 mL de muestra en un frasco de vidrio o polietileno.

1.3.9 El análisis de cloro residual debe de hacerse inmediatamente después de que la muestra es colectada evitando exceso de luz y agitación.

1.3.10 Las muestras no deben ser almacenadas para su posterior análisis.

2.2. COLIFORMES TOTALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La presencia de *Escherichia Coli* es un indicador de contaminación fecal y

posible presencia de patógenos entéricos. Este organismo habita normalmente en el tracto digestivo de los animales de sangre caliente, y en agua o suelo se encuentra a causa de una contaminación fecal. Los coliformes fecales por su parte pueden provenir de suelo y superficies de agua dulce, por lo tanto, no siempre son intestinales. La presencia de estos microorganismos indica fallas en el tratamiento, sea de agua potable o residual.

RESUMEN: La filtración por membrana es el mecanismo mediante el cual se atrapan en la superficie de la membrana microorganismos cuyo tamaño es mayor que el tamaño del poro 0.45 μm , esto gracias a que una bomba eléctrica ejerce una presión diferencial sobre la muestra de agua haciendo que se filtre. Los contaminantes de tamaño menor que el específico del poro atraviesan la membrana o se quedan retenidos en su interior, las bacterias quedan en la superficie de la membrana y luego ésta es llevada a un medio de enriquecimiento selectivo.

INTERFERENCIAS

- 2.2.1. Lavado de material ineficiente.
- 2.2.2. Fallas en el proceso de esterilización de material.
- 2.2.3. Ambientes contaminados que afecten las muestras.
- 2.2.4. Procedimientos inadecuados de la siembra.
- 2.2.5. Fallas en la toma y transporte de la muestra.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El recipiente requerido es botellas de vidrio, esterilizables con capacidad no menor a 100 mL con preservante (tiosulfato de sodio y/o EDTA) si lo requiere. El volumen mínimo para análisis microbiológico es de 100 mL.

Para análisis bacteriológico se toma la muestra directamente sin realizar purga del recipiente, teniendo en cuenta no llenar el recipiente completamente, con la precaución de dejar una cámara de aire dentro de él; el recipiente bacteriológico y su tapa, no deben tocar ninguna superficie contaminada, ya que esto podría alterar el resultado. Se llena el recipiente hasta la cantidad deseada, se tapa y se coloca el material protector de la tapa (papel o tela) ajustado con una cuerda.

Cuando se hagan tomas de ríos, corrientes, lagos, pantanos, fuentes o pozos se obtendrán muestras representativas, no es conveniente tomar muestras demasiado cerca de la orilla o demasiado lejos del punto de extracción ni a una profundidad superior o inferior a la de dicho punto, en estos puntos se puede hacer uso de una cuerda o un nylon que se amarrea la botella y se descarga con la boca hacia abajo.

Después de recolectadas las muestras deben ser llevadas al laboratorio lo más rápido posible. Si no es posible el análisis en el lapso de 24 horas después del muestreo, se debe refrigerar a una temperatura entre 2°C. Se reduce al mínimo la posibilidad de cambio durante el almacenamiento y transporte de las muestras. Se evita la exposición a la luz solar directa. Es conveniente asegurar que los recipientes se mantengan en posición vertical y que el líquido de muestra no se derrame, igualmente el instrumento que se emplea como refrigerante no debe entrar en contacto con la muestra para evitar su posible contaminación. La nevera de transporte debe contener hielos que mantengan la temperatura de refrigeración, estas deben estar limpias y en lo posible desinfectadas para evitar una fuente de contaminación.

2.3. CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA A 25 °C

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La conductividad es una medida de la propiedad que poseen las soluciones

acuosas para conducir la corriente eléctrica. Esta propiedad depende de la presencia de iones, su concentración, movilidad, valencia y de la temperatura de la medición. El método electrométrico es aplicable a aguas potables, superficiales, salinas, aguas residuales domésticas e industriales y lluvia ácida.

RESUMEN: Para la determinación de la conductividad la medida física hecha en el laboratorio es la resistencia, en ohmios o megaohmios. La conductividad es el inverso de la resistencia específica, y se expresa en micromho por centímetro ($\mu\text{mho/cm}$), equivalentes a microsiemens por centímetro ($\mu\text{S/cm}$) o milisiemens por centímetro (mS/cm) en el Sistema Internacional de Unidades. El intervalo de aplicación del método es de 10 a 10.000 (o hasta 50.000) $\mu\text{mho/cm}$, las conductividades fuera de estos valores son difíciles de medir con los componentes electrónicos y las celdas convencionales.

INTERFERENCIAS:

2.3.1. El valor de la conductividad de una solución depende de la temperatura de la muestra, en el momento de ejecutar la medición, siempre confirme en el conductímetro que la temperatura de referencia sea de 25.0°C , la constante de la celda de $0,469\text{ cm}^{-1}$ y la compensación de temperatura de $1,91\%\text{K}$.

2.3.2. Las desviaciones de las mediciones con equipos de conductividad se presentan cuando los electrodos almacenan residuos y la muestra no circula adecuadamente. Para evitarlo lave perfectamente el electrodo con abundante agua desionizada cuando lo requiera. Agite homogéneamente la muestra.

2.3.3. Evite realizar mediciones a temperaturas excesivas o mediciones en soluciones especiales, ya que puede dañar la celda o acortar su tiempo de vida considerablemente.

2.3.4. Evite variaciones de la constante no debidas a alteraciones de la celda, asegurándose de que las condiciones de preservación y almacenamiento de las soluciones estándar de KCl sean óptimas. Si se presentan cambios es conveniente preparar una nueva solución estándar de 0.0100M y verificar.

2.3.5. Antes que alterar la constante de la celda, mejore las condiciones de preparación de las soluciones patrón de KCl, pues esta produce un cambio proporcional en todo el rango estudiado.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El volumen mínimo para esta determinación es de 500mL , en envase de plástico (polietileno o equivalente) o vidrio. No le adicione ningún preservante, refrigere a 4°C para enviar la muestra al Laboratorio. El período máximo de almacenamiento de espera para el análisis es de 28 días.

2.4. HIERRO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: el hierro junto con el manganeso son elementos que generalmente se encuentran en el agua y especialmente en el agua subterránea, dándole al agua sabor, olor y color indeseable. El hierro puede causar manchas en ropa, accesorios de plomería y concreto. Los depósitos de hierro se acumulan en cañerías, tanques de presión, calentadores de agua y equipo ablandador de agua. La espectrometría de absorción atómica de llama es un método aplicable a la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, paladio, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirige a través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la

emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

2.4.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

2.4.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

2.4.2.1. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio lavado con solución 1 a 1 de HNO_3 .

2.4.2.2. Recolectar una muestra de al menos 1000ml.

2.4.2.3. Acidificar la muestra a $\text{pH} < 2$ con HNO_3 .

2.4.2.4. El tiempo máximo de preservación es de 6 meses.

2.5. PH

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El método 9040 se usa para medir el pH de residuos acuosos y aquellos residuos donde la fase acuosa constituye al menos el 20% del volumen total del residuo. La corrosividad de ácidos y bases concentradas, o de estos mezclados con sustancias inertes, no puede medirse. La medición del pH requiere algún contenido de agua.

RESUMEN: El pH de una muestra es determinado electrométricamente usando un electrodo de vidrio en combinación con un potencial de referencia o un electrodo de combinación. El dispositivo de medición es calibrado usando una serie de soluciones estándares de pH conocido.

INTERFERENCIAS:

2.5.1. Los efectos de la temperatura en la determinación electrométrica del pH provienen de dos fuentes. La primera es causada por el cambio en la señal de salida del electrodo a varias temperaturas, esta interferencia debe controlarse con instrumentos utilizando un compensador de temperatura o calibrando el sistema (electrodo- medidor) a la temperatura de las muestras. La segunda fuente de los efectos de la temperatura en la variación del pH se debe a los cambios de temperatura en la muestra, este error depende de la muestra y no puede controlarse. Por lo tanto, debe reportarse la temperatura y el pH de la muestra en el momento del análisis.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

2.5.2. Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las

autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.

2.5.3. Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible, en un tiempo menor de 0.25h.

2.5.4. Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

2.6. CLORO TOTAL RESIDUAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La cloración tanto en agua de abastecimiento como aguas contaminadas sirve principalmente para destruir o desactivar aquellos microorganismos que producen enfermedades, adicionalmente como beneficio en el agua potable, coadyuba a la mejora en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y otras sustancias orgánicas.

RESUMEN: el cloro se usa como desinfectante, tanto para aguas de abastecimiento como para aguas contaminadas para garantizar la desactivación de los microorganismos evitando así la generación de enfermedades en el caso del agua potable y la mejora de la calidad vertida a las fuentes receptoras en el caso de las aguas residuales o servidas. La concentración de cloro disminuye con el tiempo a causa de su consumo por la destrucción de los microorganismos.

INTERFERENCIAS:

2.6.1. Formas oxidadas de manganeso y otros agentes oxidantes.

2.6.2. Los agentes reductores como los sulfuros orgánicos.

2.6.3. Aunque la valoración neutra minimiza el efecto de interferencia de los iones férrico y nitrito, se prefiere la valoración ácida porque algunas formas de cloro combinado no reaccionan a pH 7.

2.6.4. Utilizar sólo ácido acético para la valoración ácida; el ácido sulfúrico (H₂SO₄) aumentará las interferencias; nunca use ácido clorhídrico (HCl).

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El cloro en solución acuosa no es estable y el contenido de cloro de las muestras o soluciones, particularmente las soluciones débiles, disminuirá rápidamente. La exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro. Por lo tanto, inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesivas. No almacene muestras para analizarlas en busca de cloro.

2.7. NITRÓGENO AMONICAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Este método describe el procedimiento para determinar el nitrógeno amoniacal y nitrógeno Kjendahl total (NKT) en agua residuales domésticas, en este último convierten compuestos nitrogenados de origen biológico tales como aminoácidos, proteínas y péptidos a amonio.

RESÚMEN DEL MÉTODO: El amoníaco de la muestra es separado por destilación. El amoníaco liberado es capturado en una solución de ácido bórico. Se emplea este procedimiento para concentraciones de NH₃-N superiores a 5 mg/L.

INTERFERENCIAS

2.7.1. La glicina urea, ácido glutámico, cianatos y acetamida se hidrolizan muy lentamente en solución o reposo, pero solo la urea y los cianatos producirán la hidrólisis en la destilación a pH 9.5.

Los compuestos alcalinos volátiles, como la hidracina y las aminas, influirán en los resultados título métricos.

2.7.2. Cloro residual, debe ser removido por pre-tratamiento de la muestra con tiosulfato desodio antes de la destilación.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

2.7.3. Se obtienen resultados más fiables con muestra recientes. Destruyase el cloro residual después de obtener las muestras para impedir su reacción con el amoníaco.

2.7.4. Si no es posible un análisis rápido, consérvese la muestra con 0.8 ml de H₂SO₄ conc./L de muestra a 4°C. El pH de las muestras conservadas con ácido debe estar comprendido entre 1.5 y 2. Si se utiliza la conservación con ácido, neutralícense las muestras con NaOH o KOH inmediatamente antes de hacer la determinación.

2.8. COBRE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El cobre es un metal ampliamente usado en la industria, incluso en los procesos de tratamiento de agua potable, pesticidas, fungicidas y alguicidas, lo que genera su presencia no solo en agua y suelo, sino en vegetales y animales acuáticos, lo que puede ocasionar incluso sobrecarga de la cadena nutricional. La espectrometría de absorción atómica de llama es un método aplicable a la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, paladio, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirigea través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

2.8.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

2.8.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

2.8.2.1. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio lavados con solución 1 a 1 de HNO₃.

2.8.2.2. Tomar mínimo 1000ml de muestra

- 2.8.2.3. Acidificar a pH<2 con HNO₃
- 2.8.2.4. Refrigerar la muestra a <6 °C
- 2.8.2.5. El tiempo de preservación de la muestra es de 24 horas a 6 meses.

2.9. PSEUDOMONA AERUGINOSA

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La pseudomona aeruginosa es una bacteria gran-negativa aeróbica, es un patógeno oportunista tanto en humanos como en plantas, es un microorganismo capaz de nutrirse de hidrocarburos, causando corrosión microbiana. Infecta los pulmones y las vías respiratorias, las vías urinarias, tejidos y causa sepsis, puede ocasionar neumonías. La bacteria es capaz de multiplicarse y sobrevivir en aguas tratadas debido a la densa capa polisacárida que hace las veces de barrera química y protege a la bacteria del cloro residual libre.

RESUMEN: La filtración por membrana es el mecanismo mediante el cual se atrapan en la superficie de la membrana microorganismos cuyo tamaño es mayor que el tamaño del poro 0.45 um, esto gracias a que una bomba eléctrica ejerce una presión diferencial sobre la muestra de agua haciendo que se filtre. Los contaminantes de tamaño menor que el específico del poro atraviesan la membrana o se quedan retenidos en su interior, las bacterias quedan en la superficie de la membrana y luego está es llevada a un medio de enriquecimiento selectivo.

INTERFERENCIAS

- 2.9.1. Lavado de material ineficiente.
- 2.9.2. Fallas en el proceso de esterilización de material.
- 2.9.3. Ambientes contaminados que afecten las muestras.
- 2.9.4. Procedimientos inadecuados de la siembra.
- 2.9.5. Fallas en la toma y transporte de la muestra.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El recipiente requerido es botellas de vidrio, esterilizables con capacidad no menor a 100 mL con preservante (tiosulfato de sodio y/o EDTA) si lo requiere. El volumen mínimo para análisis microbiológico es de 100 mL.

Para análisis bacteriológico se toma la muestra directamente sin realizar purga del recipiente, teniendo en cuenta no llenar el recipiente completamente, con la precaución de dejar una cámara de aire dentro de él; el recipiente bacteriológico y su tapa, no deben tocar ninguna superficie contaminada, ya que esto podría alterar el resultado. Se llena el recipiente hasta la cantidad deseada, se tapa y se coloca el material protector de la tapa (papel o tela) ajustado con una cuerda.

Cuando se hagan tomas de ríos, corrientes, lagos, pantanos, fuentes o pozos se obtendrán muestras representativas, no es conveniente tomar muestras demasiado cerca de la orilla o demasiado lejos del punto de extracción ni a una profundidad superior o inferior a la de dicho punto, en estos puntos se puede hacer uso de una cuerda o un nylon que se amarra a la botella y se descarga con la boca hacia abajo.

Después de recolectadas las muestras deben ser llevadas al laboratorio lo más rápido posible. Si no es posible el análisis en el lapso de 24 horas después del muestreo, se debe refrigerar a una temperatura entre 2°C. Se reduce al mínimo la posibilidad de cambio durante el almacenamiento y transporte de las muestras. Se evita la exposición a la luz solar directa. Es conveniente asegurar que los recipientes se mantengan en posición vertical y que el líquido de muestra no se derrame, igualmente el instrumento que se emplea como

refrigerante no debe entrar en contacto con la muestra para evitar su posible contaminación. La nevera de transporte debe contener hielos que mantengan la temperatura de refrigeración, estas deben estar limpias y en lo posible desinfectadas para evitar una fuente de contaminación.

2.10. ALUMINIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El aluminio es un componente natural de aguas superficiales y subterráneas, adicionalmente el sulfato de aluminio es empleado ampliamente como agente floculante en el tratamiento de agua potable, su contenido en el agua potable en alta concentración genera negativo aspecto visual y sabor al agua. Es considerado no tóxico y no se ha reportado efectos adversos en la salud por causa de consumo o exposición al aluminio. El método directo de llama de óxido nitroso-acetileno es aplicable a la determinación de aluminio, bario, berilio, calcio, molibdeno, osmio, renio, silicio, torio, titanio y vanadio.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirige a través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS

2.10.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

2.10.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

2.11. PLATA

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Es un elemento metálico que como mineral es altamente deseado para joyería, componentes electrónicos, entre otras aplicaciones, además de emplearse como desinfectante en el tratamiento de agua. El efecto conocido en la salud humana es la generación de argiria por exposición a bajas concentraciones de plata. La espectrometría de absorción atómica de llama es un método aplicable a la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, paladio, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirige a través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica

absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

2.11.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

2.11.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

2.11.3. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio borosilicato.

2.11.4. Recolectar un volumen de muestra de 1000ml.

2.11.5. Acidificar a pH<2 con ácido nítrico.

2.11.6. Tiempo máximo de preservación 1 mes.

2.12. COLIFORMES FECALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La presencia de *Escherichia Coli* es un indicador de contaminación fecal y posible presencia de patógenos entéricos. Este organismo habita normalmente en el tracto digestivo de los animales de sangre caliente, y en agua o suelo se encuentra a causa de una contaminación fecal. Los coliformes fecales por su parte pueden provenir de suelo y superficies de agua dulce, por lo tanto, no siempre son intestinales. La presencia de estos microorganismos indica fallas en el tratamiento, sea de agua potable o residual.

RESUMEN: La filtración por membrana es el mecanismo mediante el cual se atrapan en la superficie de la membrana microorganismos cuyo tamaño es mayor que el tamaño del poro 0.45 µm, esto gracias a que una bomba eléctrica ejerce una presión diferencial sobre la muestra de agua haciendo que se filtre. Los contaminantes de tamaño menor que el específico del poro atraviesan la membrana o se quedan retenidos en su interior, las bacterias quedan en la superficie de la membrana y luego ésta es llevada a un medio de enriquecimiento selectivo.

INTERFERENCIAS

2.12.1. Lavado de material ineficiente.

2.12.2. Fallas en el proceso de esterilización de material.

2.12.3. Ambientes contaminados que afecten las muestras.

2.12.4. Procedimientos inadecuados de la siembra.

2.12.5. Fallas en la toma y transporte de la muestra.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El recipiente requerido es botellas de vidrio, esterilizables con capacidad no menor a 100 mL con preservante (tiosulfato de sodio y/o EDTA) si lo requiere. El volumen mínimo para análisis microbiológico es de 100 mL.

Para análisis bacteriológico se toma la muestra directamente sin realizar purga del recipiente, teniendo en cuenta no llenar el recipiente completamente, con la precaución de dejar una cámara de aire dentro de él; el recipiente bacteriológico y su tapa, no deben tocar ninguna superficie contaminada, ya que esto podría alterar el resultado. Se llena el recipiente hasta la cantidad deseada, se tapa y se coloca el material protector de la tapa (papel o tela) ajustado con una cuerda.

Cuando se hagan tomas de ríos, corrientes, lagos, pantanos, fuentes o pozos se obtendrán muestras representativas, no es conveniente tomar muestras demasiado cerca de la orilla o demasiado lejos del punto de extracción ni a una profundidad superior o inferior a la de dicho punto, en estos puntos se puede hacer uso de una cuerda o un nylon que se amarra a la botella y se descargue con la boca hacia abajo.

Después de recolectadas las muestras deben ser llevadas al laboratorio lo más rápido posible. Si no es posible el análisis en el lapso de 24 horas después del muestreo, se debe refrigerar a una temperatura entre 2°C. Se reduce al mínimo la posibilidad de cambio durante el almacenamiento y transporte de las muestras. Se evita la exposición a la luz solar directa. Es conveniente asegurar que los recipientes se mantengan en posición vertical y que el líquido de muestra no se derrame, igualmente el instrumento que se emplea como refrigerante no debe entrar en contacto con la muestra para evitar su posible contaminación. La nevera de transporte debe contener hielos.

3. AGUA RESIDUAL

3.1. PH

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El método 9040 se usa para medir el pH de residuos acuosos y aquellos residuos donde la fase acuosa constituye al menos el 20% del volumen total del residuo. La corrosividad de ácidos y bases concentradas, o de estos mezclados con sustancias inertes, no puede medirse. La medición del pH requiere algún contenido de agua.

RESUMEN: El pH de una muestra es determinado electrométicamente usando un electrodo de vidrio en combinación con un potencial de referencia o un electrodo de combinación. El dispositivo de medición es calibrado usando una serie de soluciones estándares de pH conocido.

INTERFERENCIAS:

- Los efectos de la temperatura en la determinación electrométrica del pH provienen de dos fuentes. La primera es causada por el cambio en la señal de salida del electrodo a varias temperaturas, esta interferencia debe controlarse con instrumentos utilizando un compensador de temperatura o calibrando el sistema (electrodo- medidor) a la temperatura de las muestras. La segunda fuente de los efectos de la temperatura en la variación del pH se debe a los cambios de temperatura en la muestra, este error depende de la muestra y no puede controlarse. Por lo tanto, debe reportarse la temperatura y el pH de la muestra en el momento del análisis.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.
- Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible, en un tiempo menor de 0.25h.

- Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

3.2. DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO DQO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La Demanda Química de Oxígeno o DQO es un parámetro que mide la cantidad de sustancias susceptibles de oxidación por medios químicos disueltas o en suspensión en una muestra líquida, es decir indica el grado de contaminación en mgO₂/L. Es un método ampliamente usado como una medida de los contaminantes en aguas residuales y naturales, en el cual la cantidad de oxígeno consumido por la oxidación de un oxidante específico (K₂Cr₂O₇) es expresado en términos de oxígeno equivalente o requerido para su transformación y oxidación a gas carbónico y agua.

Este parámetro mide la cantidad de materia orgánica y materia susceptible de oxidación química (materia biodegradable y no biodegradable).

RESÚMEN DEL MÉTODO

- 3.2.1.1. Estandarizar la solución FAS diariamente con la solución de dicromato de potasio.
- 3.2.1.2. Realizar el tratamiento o digestión de la muestra siguiendo el procedimiento respectivo.

INTERFERENCIAS

- 3.2.1.3. La más común es el ion cloruro, el cual reacciona con el ion plata y precipita cloruro de plata y así inhibe la acción catalítica de la plata.
- 3.2.1.4. Bromo, yodo y otros iones que inactiven el ion plata pueden interferir de forma similar.
- 3.2.1.5. A pesar de un procedimiento riguroso para el análisis de la DQO el cloruro, yodo y bromo pueden reaccionar con el dicromato de potasio formas elementales de halógenos y el ion cromo. Interferencias de halógenos pueden ser removidos por precipitación con el ion plata y filtrar antes de realizar la digestión.
- 3.2.1.6. El amoníaco y sus derivados en el agua o generado por contenido de nitrógeno orgánico no son oxidados, el cloro elemental reacciona con estos componentes, por lo que las interferencias por cloruros son difíciles.
- 3.2.1.7. Los nitratos (NO₃⁻) ejercen DQO de 1.1 mg O₂/mg NO₃⁻-N ya que las concentraciones de este compuesto en aguas rara vez exceden 1 a 2 mg NO₃⁻-N/L, de esta manera las interferencias por nitratos son consideradas insignificantes y generalmente ignoradas.
- 3.2.1.8. La plata, cromo hexavalente y sales de mercurio usadas en la determinación de la DQO crean desechos peligrosos, el mayor problema es por el uso de mercurio.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Las muestras deben ser recolectadas en envases de plástico, vidrio o fluoropolímeros. Se debe tener un volumen de muestra mínimo de 100 mL la cual debe ser analizada lo más pronto posible.

En caso de demora en el análisis de la muestra se deberá adicionar a la misma H₂SO₄ a pH menor a 2 y refrigerar a menos de 6°C. Es recomendable que la muestra se almacene máximo 7 días.

3.3. DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO DBO (5 DÍAS)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La demanda bioquímica de oxígeno (DBO) tiene un periodo de prueba de 5, 7 o 10 días, dicho análisis mide la cantidad de oxígeno consumido por las bacterias al oxidar la materia

orgánica en una muestra de agua. De esta manera la presente prueba se utiliza para medir las cargas de los residuos en las plantas de tratamiento de aguas y determinar la eficiencia del mismo.

RESÚMEN DEL MÉTODO

- 3.3.1.1. Prepare el blanco siguiendo el procedimiento correspondiente.
- 3.3.1.2. Realice la preparación de cada una de las muestras a analizar.
- 3.3.1.3. Colocar las muestras en el equipo, definir la duración de la prueba e iniciar la prueba siguiendo los pasos adecuados para cada uno de los canales (muestras).

INTERFERENCIAS

- 3.3.1.4. Se debe mantener la temperatura de incubación de la muestra.
- 3.3.1.5. Materiales tóxicos en las muestras analizadas pueden causar valores bajos de la DBO.
- 3.3.1.6. Cualquier rastro de cloro debe ser eliminado de la muestra antes de ser analizada, manteniéndola a temperatura de laboratorio entre 1 o 2 horas antes de la prueba para disipar las concentraciones bajas de cloro.
- 3.3.1.7. Bajos resultados de DBO pueden darse cuando el pH de la muestra no se encuentra entre 6 y 8 unidades (utilice ácido sulfúrico 1N para neutralizar muestras caústicas o hidróxido de sodio 1N para neutralizar muestras ácidas).

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- ☐ La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio. Refrigerar la muestra a $<6^{\circ}\text{C}$.
- ☐ Procurar que la muestra sea almacenada máximo por 48 horas.
- ☐

3.4. SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES (SST)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Este método es aplicado para determinar sólidos totales y fijos y la fracción volátil en muestras sólidas y semisólidas tales como suelos, sedimentos, biosólidos (lodos obtenidos en el proceso de tratamiento de aguas residuales), lodos de otros procesos de tratamiento de aguas.

RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.4.1.1. Muestras de 20-50 g son secadas a $103-105^{\circ}\text{C}$ para eliminar el agua de la muestra.
- 3.4.1.2. El residuo de la sección 2.1 es enfriado, pesado y se lleva a 550°C para eliminar los sólidos volátiles.
- 3.4.1.3. Los sólidos totales, fijos y volátiles son determinados por comparación de las masas de las muestras antes y después de cada proceso de secado.

INTERFERENCIAS

- 3.4.1.4. Muestrear, submuestrear y el pipetear de muestras multi-fase puede introducir serios errores. Asegúrese de obtener una muestra homogénea tanto en el proceso de almacenamiento como durante la transferencia. Asegúrese manejar las muestras de una manera segura cuando realiza un submuestreo. Mezcle muestras pequeñas con un agitador magnético. Si hay sólidos suspendidos, pipeteo con una pipeta de orificio amplio. Evite que la muestra se adhiera al recipiente, una homogenización intensa es aconsejable para asegurar resultados exactos. Cuando este secando la

muestra, algunas muestras forman una costra que impide la evaporación; tenga especial cuidado con los tiempos de secado. Evite usar un agitador magnético con partículas magnéticas.

3.4.1.5. La temperatura y el tiempo de secado del residuo tienen un importante soporte en el resultado. Problemas tales como pérdida de peso debido a la vaporización de la materia orgánica, el agua ocluida, y los gases a partir de la descomposición inducida por el calor, así como las ganancias producidas por la oxidación, dependen de la temperatura y el tiempo de calentamiento. Es por lo tanto esencial que las muestras sean secadas a una temperatura uniforme. Minimícese el tiempo que el deseador esteabierto porque la humedad del aire puede entrar y ser absorbida por la muestra.

3.4.1.6. Los residuos secados a 103-105°C pueden retener no solamente agua de cristalización, sino también algo de agua ocluida. Como resultado de la conversión del bicarbonato en carbonato, habrá una pérdida de CO₂. La pérdida de materia orgánica por volatilización será por lo general muy ligera. Dado que la eliminación de agua ocluida es marginal a esta temperatura, la obtención de peso constante puede ser muy baja.

3.4.1.7. Los residuos secados a 180± 2°C pueden perder casi toda el agua ocluida mecánicamente. Algo de agua de cristalización puede permanecer, especialmente si los sulfatos están presentes. La materia orgánica se puede perder por volatilización, pero no destruida completamente. El CO₂ perdido por la conversión de bicarbonatos a carbonatos y carbonatos pueden ser descompuestos parcialmente a óxidos o sales básicas. Algunas sales de cloruros y nitratos pueden perderse.

En general, la evaporación y secado de muestras de agua a 180°C produce valores de sólidos disueltos más cerca a los obtenidos a través de la suma especies de minerales determinados individualmente a los valores de sólidos disueltos garantizados a través de secado a temperaturas bajas.

3.4.1.8. Los resultados de residuos con altos contenidos de aceites o grasas pueden ser cuestionable por la dificultad de obtener pesos constantes en un tiempo razonable.

3.4.1.9. La determinación tanto de sólidos totales como de fijos está sujeta a error negativo debido a la pérdida de carbonato de amonio y materia orgánica durante el paso del secado de 103°C a 105°C. Observe cuidadosamente el tiempo de secado y la temperatura para controlar la pérdida de sales inorgánicas si son un problema.

3.4.1.10. Los sólidos fijos es una expresión aplicada al residuo de sólidos totales, suspendidos o disueltos después de someterse a ignición durante un tiempo determinado y a una temperatura especificada. La pérdida por ignición se debe a los sólidos volátiles. Las determinaciones de sólidos fijos y volátiles no distinguen exactamente entre materia orgánica e inorgánica por que la pérdida de peso no se limita al material orgánico sino también a pérdidas por descomposición y volatilización de algunas sales minerales.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA:

3.4.1.11. Utilícense botellas de plástico o vidrio refractario, teniendo en cuenta siempre que el material en suspensión no debe adherirse a las paredes del recipiente.

3.4.1.12. Recolecte una muestra de 200ml.

3.4.1.13. Iníciase el análisis lo antes posible, pues resulta poco útil preservar la muestra.

3.4.1.14. Refrigérese a 4°C hasta realizar el análisis, para reducir al mínimo la descomposición microbológica de los sólidos durante máximo 7 días.

3.5. SÓLIDOS SEDIMENTABLES (SSED)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La determinación de sólidos sedimentables por el método volumétrico, se realiza en muestras de agua superficiales de acuerdo con lo establecido por el laboratorio. El límite inferior de lectura es de 0.1 mL/L.

RESUMEN: Los sólidos asentables en aguas superficiales y salinas, así como en desechos domésticos e industriales pueden determinarse e informarse sobre un volumen (mL/L) o un peso (mg / L). Los sólidos sedimentables son aquellos que tienen un tamaño de 10μ y que se desprenden de la suspensión en un tiempo determinado y están constituidos por partículas más densas que el agua.

INTERFERENCIAS: Cuando hay presencia de floc biológico o químico, se recomienda emplear el método gravimétrico.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- La muestra puede ser tomada en recipiente plástico o de vidrio.
- Las muestras deben ser analizadas sin ningún tipo de pretratamiento o preservación.
- Se requiere como mínimo 2000 mL de muestra para el análisis con su duplicado.

3.6. ACEITES Y GRASAS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN:

Se aplica para aguas residuales superficiales, domésticas e industriales. Algunas grasas y ácidos grasos especialmente no saturados extraíbles se oxidan con rapidez; en consecuencia, se incluyen precauciones especiales con respecto a la temperatura y desplazamiento de vapor del disolvente para reducir este efecto.

RESUMEN: En este método la grasa y el aceite son extraídos del agua por contacto íntimo con el solvente (n-hexano) y su determinación se realiza gravimétricamente mediante recuperación del solvente en un equipo de destilación.

En la determinación de grasas y aceites no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica; se determinan grupos de sustancias con características físicas similares con base en su solubilidad en el solvente (n-hexano). Esto incluye otros materiales extraídos por el solvente de la muestra acidificada, tales como compuestos azufrados, algunos colorantes orgánicos y clorofila, no volatilizados durante el ensayo.

INTERFERENCIAS:

- Los solventes orgánicos tienen la habilidad de disolver no solo las grasas y los aceites sino también otras sustancias orgánicas. Cualquier material soluble en el solvente se reporta como grasa y aceite.
- Utilizar la extracción líquido - líquido para aguas superficiales no contaminadas o con bajo contenido de sólidos suspendidos, factores que aumentan la formación de emulsiones y pérdida del

analito.

- Algunas matrices de las muestras pueden formar emulsiones, incrementando la cantidad de agua a separar dentro del extracto. Cuando el extracto del solvente es tratado con sulfato de sodio, este se disuelve en el agua y pasa al frasco tarado. Esto se manifiesta cuando después de secado el solvente se hace visible sal dentro del vasode extracción. Si se observan cristales en el frasco tarado después del secado,redisolver la grasa y aceite con 30 mL de solvente de extracción y un poco de agua enun embudo de separación, retirar la capa acuosa y drenar el solvente a través de un embudo con papel filtro empapado con solvente a un vaso de extracción limpio y tarado.Tratar este como un extracto de muestra.
- La eliminación del solvente tiene como resultado la pérdida de los hidrocarburos de cadena corta y aromática sencillos por volatilización.
- En este proceso se pierden cantidades significativas de destilado de petróleo desde la gasolina hasta el aceite combustible.
- El método es completamente empírico y solo se pueden obtener resultados duplicados si se siguen de manera estricta todos los detalles.
- El tiempo requerido para secar y enfriar el material extraído no puede ser alterada.
- Puede que haya un incremento gradual en el peso, debido presumiblemente a la absorción de oxígeno, y/o una pérdida gradual de peso debida a la volatilización.
- Los residuos más pesados del petróleo pueden contener una porción significativa de materiales que no son extraíbles con el solvente

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- Para aguas de tipo industrial la toma de muestra se debe realizar puntual.
- Tome la muestra de forma directa del vertimiento y evitando llenar totalmente el frasco.
- La tapa debe estar provista de una lámina de papel aluminio que impida el contacto dela muestra con el interior de la tapa.
- La muestra se debe tomar en frasco de vidrio claro de boca ancha con capacidad máxima de un litro, previamente calibrado y evitando subdividir la muestra en el laboratorio. Si la botella no está calibrada, demarque el nivel en el frasco para posterior determinación del volumen de muestra.
- El frasco debe estar previamente enjuagado con el solvente para remover cualquier película de detergente.
- Adicione a las muestras HCl o H₂SO₄ concentrado hasta pH< 2, con el fin de romper las emulsiones e hidrolizar los jabones y detergentes, los cuales pierden su componente polar y revierten a una estructura hidrocarbonada que es incluida en la determinación. Verifique el pH con papel indicador y acidifique la muestra en la botella.
- Cuando se requiere información acerca del promedio de concentración de grasas y aceites sobre un periodo de tiempo extenso, analizar porciones individuales tomadas aintervalos de tiempo predeterminados, esta muestra no se puede componer.
- La muestra preservada se puede almacenar durante un periodo máximo de 28 días a una temperatura de 4°C.

3.7 SUSTANCIAS ACTIVAS AL AZUL DE METILENO (SAAM)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Las sustancias activas al azul de metileno (SAAM) un colorante catiónico, transfieren el azul de metileno desde una solución acuosa a un líquido inmiscible en equilibrio. Esto ocurre durante la formación de un par iónico entre el anión (SAAM) y el catión azul de metileno.

3.8. ALUMINIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El aluminio es un componente natural de aguas superficiales y subterráneas, adicionalmente el sulfato de aluminio es empleado ampliamente como agente floculante en el tratamiento de agua potable, su contenido en el agua potable en alta concentración genera negativo aspecto visual y sabor al agua. Es considerado no tóxico y no se ha reportado efectos adversos en la salud por causa de consumo o exposición al aluminio. El método directo de llama de óxido nitroso-acetileno es aplicable a la determinación de aluminio, bario, berilio, calcio, molibdeno, osmio, renio, silicio, torio, titanio y vanadio.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirigea través de la llama, hacia un mon cromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS

3.8.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

3.8.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

3.9. ARSENICO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El arsénico es un elemento natural que se encuentra en la tierra y entre los minerales. Los componentes del arsénico se usan para preservar la madera, como plaguicidas y en ciertas industrias. El arsénico forma parte del aire, el agua y la tierra a través del polvo que se lleva el viento. Es un metal que se encuentra disuelto en el agua, pero no se ve, no se huele ni tiene sabor. El agua que consumimos puede ser transparente, pero sin embargo encontrarse contaminada. La única forma certera de detectarlo es mediante un análisis de agua.

TOMA DE MUESTRAS: RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

3.9.1. Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.

3.9.2. Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible.

3.9.3. Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

3.10. BERILIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

existe en el aire en pequeñas partículas de polvo. Entra en el agua durante los procesos de desintegración de suelos y rocas. Las emisiones industriales añaden berilio al aire y al agua residual y éstas serán posteriormente traspasadas al agua. Normalmente precipita en el sedimento.

La USEPA ha establecido el estándar de 0.004 mg/L para berilio en suministros de agua potable públicos. Éstas regulaciones no se aplican en suministros de agua privados pero las implicaciones en la salud son las mismas para dueños de pozos de agua privados.

3.11. CADMIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

1.1.1. ALCANCE Y APLICACIÓN: El cadmio es un elemento químico de número atómico 48 situado en el grupo 12 de la tabla periódica de los elementos. Su símbolo es Cd. Es un metal pesado, blando, blanco azulado, relativamente poco abundante. Es uno de los metales más tóxicos. El cadmio puro es un metal blando de color plateado. El cloruro de cadmio y el sulfato de cadmio son solubles en agua. La mayor parte del cadmio en los Estados Unidos se extrae como producto secundario durante la producción de otros metales tales como el cinc, plomo o cobre. El Cadmio puede ser transportado a grandes distancias cuando es absorbido por el lodo. Este lodo rico en Cadmio puede contaminar las aguas superficiales y los suelos. El Cadmio es fuertemente adsorbido por la materia orgánica del suelo.

3.12 CINC

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El zinc o cinc es un elemento químico metálico, presente en la Tabla periódica en el grupo 12, parte de los metales de transición. Su número atómico es 30 y su símbolo Zn, proveniente de su nombre original en alemán: Zink, proveniente de Zinken (“dientes”, “picos”), en alusión al aspecto filoso de la mineral calamina, en el cual es abundante este. El zinc es un elemento común, de importancia biológica y de numerosas aplicaciones industriales, sobre todo como parte de aleaciones metálicas.

Es un metal muy reactivo con cuatro estados metaestables, e isótopos radiactivos con vida media menor a las 14 horas de duración (excepto un par). Se trata de un elemento metálico, semejante al magnesio y al cadmio, sumamente activo químicamente.

Es siempre divalente en sus compuestos, soluble en ácidos liberando átomos de hidrógeno y formando iones cationes (Zn^{+2}), o en soluciones fuertemente alcalinas para formar tetrahidroxozincatos ($Zn[OH]_2-4$).

El cinc se disuelve en agua como $ZnOH^+$ (aq) o Zn^{2+} (aq). El $ZnCO_3$ aniónico tiene una solubilidad de 0.21 g/L. Como ejemplos de solubilidad de los derivados de cinc se proponen: cloruro de cinc ($ZnCl_2$) 4320 g/L, y óxido de cinc (ZnO) y vitriolo blanco u óxido de cinc heptahidratado ($ZnSO_4$).

3.13 COBALTO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

Método

Los iones cobalto(II) forman con sal Nitroso R un complejo rojo anaranjado que se determina fotométricamente.

2. Intervalo de medida y número de determinaciones

Intervalo de medida Número de determinaciones

0,05 - 2,00 mg/l de Co 25

Campo de aplicaciones

El test determina solamente iones cobalto(II). Para la determinación de cobalto no disuelto, unido en forma de complejo o presente en un compuesto organometálico, es necesaria una disgregación de la muestra

Material de las muestras:

Aguas subterráneas y superficiales, agua de mar Agua potable Aguas residuales y de infiltración

Influencia de sustancias extrañas

Ésta se comprobó de forma individual en soluciones con 1 y con 0 mg/l de Co. Hasta las concentraciones de sustancias extrañas indicadas en la tabla la determinación todavía no es interferida. No se han controlado efectos cumulativos; sin embargo, éstos no pueden ser excluidos.

Preparación

- Analizar las muestras inmediatamente después de la toma de muestras. En otro caso conservar con ácido nítrico al 65 % (1 ml de ácido nítrico para 1 l de solución de la muestra).
- El cobalto no disuelto, unido en forma de complejo o presente en un compuesto organometálico puede determinarse después de la preparación de la muestra con uno de los Crack Sets Spectroquant®.
- Comprobar el contenido de cobalto con el test Cobalto MQuant®. Las muestras con más de 2,00 mg/l de Co deben diluirse con agua destilada **antes** de la disgregación.

El valor del pH debe encontrarse en el intervalo 2,5 - 7,5. Si es necesario, ajustar con solución de hidróxido sódico o con ácido nítrico.

- Filtrar las muestras turbias.

Técnica

Muestra preparada 5,0 ml Pipetear en una cubeta de reacción, cerrar la (10 - 40 °C) cubeta y mezclar.

Reactivo Co-1K 0,50 ml Añadir con pipeta, cerrar la cubeta y mezclar. **Dejar en reposo 10 minutos (tiempo de reacción)**, luego medir la muestra de medición en el fotómetro.

Notas sobre la medición:

- Para la medición fotométrica las cubetas deben estar limpias. Si es necesario, limpiarlas con un paño seco y limpio.
- Las turbideces después de acabada la reacción dan como resultado valores falsamente elevados.
- El valor del pH de la solución de medición debe ser aprox. 4,8.
- El color de la solución de medición permanece estable como mínimo 60 minutos después de transcurrido el tiempo de reacción antes indicado.

3.14 COBRE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El cobre es un metal ampliamente usado en la industria, incluso en los procesos de tratamiento de agua potable, pesticidas, fungicidas y alguicidas, lo que genera su presencia no

solo en agua y suelo, sino en vegetales y animales acuáticos, lo que puede ocasionar incluso sobrecarga de la cadena nutricional. La espectrometría de absorción atómica de llama es un método aplicable a la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, paladio, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirigea través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

1.3.1 Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

1.3.2 Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

1.3.2.1 La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio lavados con solución 1 a 1 de HNO₃.

1.3.2.2 Tomar mínimo 1000ml de muestra

- 1.3.2.3 Acidificar a pH<2 con HNO₃
- 1.3.2.4 Refrigerar la muestra a <6 °C
- 1.3.2.5 El tiempo de preservación de la muestra es de 24 horas a 6 meses.

3.15 CROMO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Ampliamente distribuido en la corteza terrestre, el cromo es bien conocido por su uso en la industria metalmeccánica para aumentar la dureza y la resistencia a la corrosión. Se puede encontrar en el agua en varios estados de oxidación, siendo los más comunes el +3 y el +6.

3.16. FLUOR

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los *fluoruros* son compuestos químicos que contienen flúor, un elemento halógeno que se encuentra naturalmente en los suelos y aguas.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- 1.1.1. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio.
- 1.1.2. Refrigerar la muestra a <6 °C.

3.17. HIERRO TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Hierro es un elemento químico metálico de color blanco, y es el cuarto elemento más abundante en la corteza terrestre. Hierro disuelto que alcanza aguas superficiales reacciona con oxígeno para formar herrumbre y precipita en el fondo del flujo de agua.

La cosa que más notarás en el agua con alto contenido de hierro es que el agua puede tener un sabor metálico. El agua podría decolorarse y parecer de color marrón, y puede incluso contener sedimentos. El hierro dejará manchas de color rojo o naranja en el lavabo, WC y bañera o ducha.

3.18. LITIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

Medición de Litio en agua El litio es el tercer elemento en la tabla periódica, perteneciendo al grupo IA, junto con el hidrógeno, sodio, potasio y otros elementos. Su presencia en el planeta Tierra es de aproximadamente 18 ppm, y se encuentra formando parte de rocas y minerales

Protocolo de Medición de Litio

- Organizar materiales, agua destilada, testigos, solución QC y muestras.
- Acomodar en gradilla y rotular tubos.
- Cargar tubos siguiendo la tabla como se indica en el protocolo de Li, 9.
- Tapar tubos y homogeneizar en vortex 3s.
- Seleccionar los parámetros de medición específicos para el litio: corriente de la lámpara, atenuación, ganancias del equipo, longitud de onda óptima, presiones de aires y acetileno. Es

extremadamente explosiva. Seguir la metodología de uso de las perillas de control de flujo de los gases de manera adecuada según este protocolo de Absorción Atómica, 46.

- Colocar los testigos uno a continuación del otro en el catéter de aspiración y registrar el valor de transmitancia.
 - Colocar las muestras una tras otra de la misma manera que los testigos y registrar valores de transmitancia.
 - Al finalizar las mediciones seguir instrucciones para apagado y limpieza del equipo.
 - Cargar los datos en Atlantis. Descarte y lavado de materiales
 - Descartar tips amarillos y azules.
 - Cepillar tips blancos, matraces, embudo y tapas con detergente no iónico.
 - Enjuagar 10 veces con agua de canilla.
 - Enjuagar 10 veces con agua destilada. •
- Dejar secar

3.19. MANGANESO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El manganeso se encuentra en la Tabla Periódica en el Grupo VII, Período 4, tiene la configuración electrónica: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2$. Se encuentran compuestos con estados de oxidación desde +1 hasta +7, siendo los estados más comunes:

+2, +4 y +7. El manganeso es un metal más suave que el hierro. Se añade una fracción alacero para impartirle

dureza y usarlo en piezas de alta resistencia como rieles de tren, placas de blindaje o piezas de molienda.

El manganeso es un elemento traza esencial para el funcionamiento de varias enzimas; sin embargo, es tóxico para el sistema nervioso a dosis altas, especialmente por inhalación. Esto es importante en algunos ambientes como la soldadura, que pueden liberar vapores de manganeso.

En el agua, el manganeso está presente como dióxido de manganeso. A concentraciones altas forma depósitos negros que manchan el baño y la ropa. El límite de la norma mexicana para el agua potable es de 0,15 mg / L para prevenir estas consecuencias (el manganeso sólo es tóxico a concentraciones varias veces mayores).

3.20. MOLIBDENO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El molibdeno es un mineral esencial en para la vida. No solo se utiliza para proveer la mejor calidad de agua potable en todo el mundo, sino que también es parte del cuerpo humano y de gran cantidad de alimentos. Es un metal plateado; tiene el sexto punto de fusión más alto entre los elementos. El molibdeno no se encuentra como metal libre en la naturaleza, sino en varios estados de oxidación en los minerales. Industrialmente, los compuestos de molibdeno se emplean en aplicaciones de alta presión y alta temperatura, como pigmentos y catalizadores.

La mayoría de los compuestos de molibdeno tienen baja solubilidad en agua, pero el ion de molibdato MoO_4^{2-} es soluble y se forma cuando los minerales que contienen molibdeno están en contacto con el oxígeno y el agua. Algunas teorías recientes sugieren que la liberación de oxígeno era importante en la eliminación de molibdeno de un mineral en una forma soluble en los océanos primitivos, donde se utiliza como catalizador de los organismos unicelulares. Esta secuencia puede haber sido importante en la historia de la vida, porque las enzimas que contienen molibdeno se convirtieron en los catalizadores más importantes utilizados por algunas bacterias para descomponer en átomos las moléculas de nitrógeno. Esto, a su vez permitió al nitrógeno impulsar biológicamente la fertilización de los océanos, y por lo tanto el desarrollo de organismos más complejos.

Al menos 50 enzimas que contienen molibdeno son conocidas en bacterias y animales, aunque solo las enzimas de bacterias y cianobacterias están involucradas en la fijación de nitrógeno. Debido a las diversas funciones del resto de las enzimas, el molibdeno es un elemento necesario para la vida en organismos superiores, aunque no en todas las bacterias.

3.21. NIQUEL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El níquel es un metal plateado-blanco, duro pero flexible que ocurre naturalmente y es encontrado en casi todo tipo de tierras. En el ambiente, se encuentra comúnmente combinado con oxígeno y azufre. En su pura forma, el metal puede tomar un lustre brillante y es resistente a deslustrarse.

3.22. PLOMO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El plomo que se encuentra en el agua del grifo por lo general se produce por el deterioro de accesorios viejos o de la soldadura (unión soldada) que conecta a los tubos. Cuando el agua se aposa en tuberías con plomo por varias horas.

3.23. SELENIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El selenio es un metaloide que se encuentra comúnmente en la naturaleza junto a compuestos de azufre. Aunque el selenio es esencial en los animales a nivel de trazas, es tóxico a mayores concentraciones. Aunque se sabe que el selenio tiene efectos tóxicos en animales, no se ha

demostrado su toxicidad en humanos. La OMS maneja una concentración de precaución de 0,010 mg / L. determinación de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas – Método de prueba.

3.24. VANADIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

Metodología Específica para la Determinación de Vanadio

La detección precisa de Vanadio en agua mediante espectrofotometría UV-Vis requiere una metodología específica. La preparación cuidadosa de la muestra elimina interferencias potenciales, garantizando así una representación fiel del metal. Posteriormente, el espectrofotómetro se calibra utilizando estándares de referencia de Vanadio con concentraciones conocidas. La medición de la absorbancia a longitudes de onda específicas permite cuantificar con precisión la concentración de Vanadio en la muestra.

Ventajas de la Espectrofotometría UV-Vis en la Determinación de Vanadio

1. **Sensibilidad:** La espectrofotometría UV-Vis destaca por su alta sensibilidad, permitiendo la detección de concentraciones bajas de Vanadio, incluso por debajo de los límites establecidos por normativas ambientales.
2. **Especificidad:** La técnica ofrece alta selectividad, asegurando la identificación precisa de Vanadio en presencia de otros elementos, minimizando así los falsos positivos.
3. **Rapidez:** Equipos modernos permiten análisis rápidos, reduciendo el tiempo necesario para obtener resultados y facilitando la toma de decisiones inmediatas en situaciones críticas.
4. **Automatización:** La automatización de procesos mejora la reproducibilidad de los resultados y reduce la intervención humana, disminuyendo posibles errores.
5. **Costo-Efectividad:** A pesar de sus capacidades avanzadas, la espectrofotometría UV-Vis sigue siendo una opción rentable para el monitoreo continuo de la presencia de Vanadio en el agua.

Aplicaciones Prácticas y Compromiso Ambiental

La determinación de Vanadio mediante espectrofotometría UV-Vis tiene aplicaciones prácticas en la gestión ambiental y el monitoreo constante de cuerpos de agua. Esta tecnología proporciona resultados precisos y rápidos, estableciendo un estándar para la protección de nuestras fuentes de agua y la seguridad de las comunidades circundantes.

3.25. CONDUCTIVIDAD

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La conductividad (o conductancia específica) de una solución de electrolito es una medida de su capacidad para conducir la electricidad. ... El agua desionizada de alta calidad tiene una conductividad de 5,5 $\mu\text{S}/\text{m}$, el agua potable típica en el rango de 5-50 mS/m . La conductividad es la medida de la capacidad del agua para conducir una corriente eléctrica. Al determinar la concentración de iones disueltos en el agua (electrólitos) se puede así, determinar la cantidad de sólidos totales disueltos (TDS, por sus siglas en inglés) en el agua. La conductividad eléctrica del agua proporciona una evaluación de la concentración total de iones disueltos en el agua, y es una propiedad importante del agua que se toma frecuentemente como un indicador del grado de mineralización (concentración iónica total) del agua.

TOMA DE MUESTRAS: La conductividad eléctrica de una solución de un electrolito se mide determinando la resistencia de la solución entre dos electrodos planos o cilíndricos separados por una distancia fija. Se utiliza una tensión alterna para evitar la electrólisis. La resistencia se mide con un conductímetro.

3.26. FENOLES TOTALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

Los fenoles son muy solubles en agua y se presentan como resultados de la polución con residuos industriales; al aplicar cloro a dichas aguas, para su desinfección, se forman clorofenoles y se presentan problemas de olores y sabores indeseables a muybajas concentraciones.

En concentraciones altas es muy tóxico. Causa irritación renal y hasta la muerte, pero su ingestión es improbable por su sabor desagradable. Tóxico para los peces. Muy usado como bactericida, pero es biodegradable. El método se aplica en este laboratorio para la matriz agua. Se emplea para el intervalo de 0,01 a 0.4 mg/L. Es un método espectrofotométrico, en el que se determinan los compuestos fenólicos. Los compuestos fenólicos destilados reaccionan con 4-aminoantipirina a pH $10.0 \pm 0,1$ en presencia de ferricianuro de potasio, formando un compuesto coloreado de antipirina (ver figura No 1). Este tinte es extraído de la solución acuosa con Cloroformo CHCl_3 y la absorbancia es medida a 460 nm.

TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA Tome la muestra de tal manera que sea representativa del vertimiento en estudio. Utilice frascos plásticos de polipropileno de 500 mL de capacidad, como mínimo. Los fenoles en las concentraciones usualmente encontradas en aguas residuales están sujetos a oxidación biológica y química, por lo cual se deben preservar (pH menor a 4,0 con H_2SO_4) y almacenar las muestras a 4°C o menos, salvo que se analicen en el lapso de cuatro horas desde la recolección. Efectúe el análisis dentro de los 28 días siguientes a la toma de la muestra, cuando ésta ha sido preservada.

3.27. HIDROCARBUROS TOTALES (HPT)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Para el análisis de HC es necesario inicialmente llevar a cabo la extracción de la grasa y aceite total (AYG). El tratamiento consiste en la disolución del extracto de GYA en solvente (n-hexano) y la adsorción de los ácidos grasos en la sílica gel mediante agitación. Los HC son separados por filtración y/o extracción líquido – líquido y concentrados mediante extracción Soxhlet o destilación del solvente de análisis.

RESUMEN: Para determinar los hidrocarburos se emplea el gel de sílice que tiene la capacidad de absorber los materiales polares como los ácidos grasos. Si se mezcla una solución de hidrocarburos y materiales grasos en n-hexano con gel de sílice, los ácidos grasos son extraídos de forma selectiva de la solución. Los materiales no eliminados por absorción al gel de sílice son considerados hidrocarburos en esta prueba.

INTERFERENCIAS

- 3.8.1.1. Los hidrocarburos más polares, tales como los compuestos aromáticos complejos y los derivados de cloro, azufre y nitrógeno pueden ser adsorbidos por el gel de sílice.
- 3.8.1.2. Cualquier compuesto distinto de los hidrocarburos y la materia grasa recuperada por los procedimientos para determinación de grasas y aceites también interfiere.
- 3.8.1.3. La eliminación del disolvente tiene como resultado la pérdida de los hidrocarburos de cadena corta y aromáticos sencillos por volatilización.
- 3.8.1.4. En el proceso de extracción de la grasa y el aceite se pierden cantidades significativas de destilado de petróleo desde la gasolina hasta el aceite combustible.
- 3.8.1.5. Los residuos más pesados del petróleo pueden contener una porción significativa de materiales que no son extraíbles con el solvente.

3.8.1.6. Las sustancias que interfieren en la determinación de HC, hacen parte en la cuantificación ya que no pueden remover de la muestra.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

3.8.1.7. Para aguas de tipo industrial la toma de muestra se debe realizar puntual.

3.8.1.8. Tome la muestra de forma directa del vertimiento y evitando llenar totalmente el frasco.

3.8.1.9. La tapa debe estar provista de una lámina de papel aluminio que impida el contacto de la muestra con el interior de la tapa.

3.8.1.10. La muestra se debe tomar en frasco de vidrio ámbar de boca ancha con capacidad máxima de un litro, previamente calibrado y evitando subdividir la muestra en el laboratorio. Si la botella no está calibrada, demarque el nivel en el frasco para posterior determinación del volumen de muestra.

3.8.1.11. El frasco debe estar previamente enjuagado con el solvente para remover cualquier película de detergente.

3.8.1.12. Adicione a las muestras 80 mg/L de tiosulfato de sodio si hay presencia de cloro residual.

La muestra preservada se puede almacenar durante un periodo máximo de 7 días a una temperatura de 4°C.

3.28. CIANURO LIBRE Y DISOCIABLE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Es el término utilizado para describir tanto al ión de cianuro (CN)⁻ que se disuelve en el agua del proceso como cualquier cianuro de hidrógeno (HCN) que se forma en la solución.

3.29. CLORUROS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: es recomendable para agua con concentraciones entre 1,5 y 100 mg/l de cloruros. Este método es aplicable para la determinación de cloruros en aguas potables o superficiales, siempre que no tengan excesivo color o turbidez. Se basa en el método de Mohr. Sobre una muestra ligeramente alcalina, con pH entre 7 y 10, se añade disolución de AgNO₃ valorante, y disolución indicadora K₂CrO₄.

RESUMEN: El método de Mohr o argentométrico (volumétrico): la presencia de cloruros se valora empleando una solución de nitrato de plata 0.0141 N (titulante); en la titulación el ión cloruro se precipita como cloruro de



plata.

El indicador que puede demostrar un exceso de Ag⁺ es el cromato de potasio. Cuando la concentración del cloruro se reduce, la concentración del ión plata aumenta a un nivel en el cual se excede el producto de solubilidad del cromato de plata que se manifiesta como un precipitado marrón rojizo.



Esto se toma como evidencia de que todo el cloruro se ha precipitado. INTERFERENCIAS: No interfieren las sustancias en las cantidades encontradas normalmente en el agua potable. No obstante:

El bromuro, yoduro y cianuro se registran como las concentraciones equivalentes de cloruro.

Los iones sulfuro, tiosulfato, y sulfito interfieren, pero se pueden eliminar con un tratamiento de peróxido de hidrógeno.

El ortofosfato en concentración mayor de 25 mg/L, interfiere por precipitar como fosfato de plata.

El hierro por encima de 10 mg/L interfiere por enmascarar el punto final.

Interfieren también, el color y la turbidez. El color puede eliminarse, tratando la muestra con un alumbre de Aluminio.

EQUIPOS Y MATERIALES:

- 1 probeta de 100 mL Beakers
- Cápsula Pipetas Pipeteadores
- Agitador de vidrio Potenciómetro
- 100 mL de muestra REACTIVOS
- mL de $\text{Al}(\text{OH})_3$
- 1 mL de H_2O_2 al 30%
- Ácido sulfúrico o NaOH para ajuste de pH entre 7 y 10. 1 mL de cromato de potasio K_2CrO_4 .
- AgNO_3 0,0141 N

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: La toma de muestra se debe realizar en un recipiente limpio de vidrio o plástico químicamente resistente. Para las muestras de agua potable, en condiciones normales, no es necesario realizar ningún tratamiento previo.

PROCEDIMIENTO

Medir Vol M: 100 ml de muestra.

Si la muestra presenta color excesivo adicionar 3 ml de suspensión 1 de $\text{Al}(\text{OH})_3$, filtre, lave y combine el filtrado con el agua de lavado.

Si se presentan sulfitos, sulfuro o tiosulfato adicionar 1 ml de H_2O_2 al 30%.

Medir el pH a la muestra, si se encuentra entre [7 y 10] continuar con el procedimiento, de lo contrario ajuste el pH con ácido sulfúrico o NaOH, según se requiera. Esto se realiza con el fin de evitar que se precipite el ión Ag^+ como AgOH a niveles altos de pH y el CrO_4^{2-} se convierta en $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ a niveles bajos de pH.

Agregar 1 ml de cromato de potasio K_2CrO_4 , la muestra tomará un color amarillo claro. Agitar hasta homogeneizar.

Efectuar la valoración, agregando gota a gota AgNO_3 0.0141 N hasta cambio de color a amarillo rojizo.

Repetir el procedimiento anterior para el blanco de reactivos (agua destilada). Puede emplearse alrededor de 0.2 – 0.3 ml de titulante.

Cálculos:

$$\text{Cl-(mg/l)} = \frac{(V_a - V_b) * N_{\text{AgNO}_3} * 35450}{V_{\text{ol M}}(\text{ml})}$$

Donde:

V_a= volumen de titulante requerido para valorar la muestra problema (ml) V_b= volumen de titulante requerido para valorar el blanco de reactivos (ml)

CONTROL DE CALIDAD

Si la muestra presenta color excesivo adicionar 3 ml de suspensión¹ de Al(OH)₃ , filtre,lave y combine el filtrado con el agua de lavado.

Realizar el procedimiento para el blanco de reactivos (agua destilada).

3.30. FLUORUROS Y RESIDUAL DE COAGULANTE UTILIZADO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los *fluoruros* son compuestos químicos que contienen flúor,un elemento halógeno que se encuentra naturalmente en los suelos y aguas.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio.

Refrigerar la muestra a <6 °C.

3.31. SULFATOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Sulfato (SO₄) se puede encontrar en casi todas las aguas naturales. Sulfato es uno de los principales componentes disueltos de lluvia. La altaconcentración de sulfatos en el agua de bebida puede tener un efecto laxante cuando se combina con el calcio y el magnesio, los dos componentes más comunes de la dureza. Lossulfatos pueden tener su origen en que las aguas atraviesen terrenos ricos en yesos o a lacontaminación con aguas residuales industriales.

El contenido de sulfatos no suele presentar problema de potabilidad a las aguas de consumo, pero, en ocasiones, contenidos superiores a 300 mg/l pueden ocasionar trastornos gastrointestinales en los niños. Se sabe que los sulfatos de sodio y magnesio pueden tener acción laxante, por lo que no es deseable un exceso de los mismos en las aguas de bebida.

La reglamentación técnico-sanitaria española establece como valor orientador de calidad 250 mg/l y como límite máximo tolerable 400 mg/l, concentración máxima admisible.

Los sulfatos pueden tener su origen en que las aguas atraviesen terrenos ricos en yesos o a la contaminación con aguas residuales industriales. El contenido de sulfatos no suele presentar problema de potabilidad a las aguas de consumo, pero, en ocasiones, contenidos superiores a 300 mg/l pueden ocasionar trastornos gastrointestinales en los niños. Se sabe que los sulfatos de sodio y magnesio pueden tener acción laxante, por lo que no es deseable un exceso de los mismos en las aguas de bebida. La reglamentación técnico-sanitaria española establece como valor orientador de calidad 250 mg/l y como límite máximo tolerable 400 mg/l, concentración máxima admisible. La determinación del contenido de sulfatos puede hacerse por diferentes métodos. Uno de ellos es el Test rápido de sulfatos.

El Método gravimétrico, mediante precipitación con cloruro de bario, es un método muy preciso y aplicable a concentraciones superiores a 10 mg/l. Los resultados previamente precipitados con cloruro bórico, en medio ácido, son secados a 110°C y calcinados a 600°C.

El ión sulfato SO_4^{2-} precipita, en un medio de ácido acético, con ión Ba^{2+} de modo que forma cristales de sulfato de bario BaSO_4 de tamaño uniforme, los que deben mantenerse en suspensión homogénea durante un periodo de tiempo que resulte suficiente para medir la absorbancia que la misma produzca. El contenido de SO_4^{2-} de cada muestra se obtiene a partir de la curva de calibrado previamente obtenida.

En esta técnica interfieren fundamentalmente el color y la turbidez. Esta puede eliminarse por filtración o centrifugación. La interferencia del color puede soslayarse utilizando la muestra coloreada como testigo, a la que o se le agrega reactivo de la disolución precipitante de bario, o empleando como instrumento de medida un nefelómetro de doble posición de cubeta, con lo que elimina la influencia del color.

RESÚMEN DEL MÉTODO: El Método volumétrico consiste en la determinación de los iones sulfatos por volumetría en presencia de sulfato de bario y en medio alcohólico. Este método es aplicable para la determinación de sulfatos en concentración inferior a 100 mg/l. El contenido de sulfatos se determina por valoración con sal sódica del EDTA, del cloruro de bario que no se utilizó en la precipitación de los sulfatos. El Método nefelométrico, mediante turbidímetro nefelométrico, es menos preciso que el gravimétrico para concentraciones inferiores a 10 mg/l. Se recomienda, preferentemente, para la determinación de sulfatos en aguas con contenidos superiores a 60 mg/l y siempre que se disponga de turbidímetro. Este método no es recomendable para aguas con color, materias en suspensión o con elevado contenido en materias orgánicas.

3.32. MERCURIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El mercurio existe en varias formas: elemental e inorgánico u orgánico, las cuales difieren en su toxicidad y efectos en el sistema nervioso e inmunitario, aparato digestivo, la piel y los pulmones, riñones y ojos. El metilmercurio (forma orgánica) se bioacumula por ejemplo en peces y mariscos, que luego son consumidos por el ser humano. El método espectrométrico de absorción atómica de vapor frío es aplicable para la determinación de mercurio.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica, un rayo de luz se dirige hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en el matraz. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La

cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

3.32.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

3.32.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

3.32.3. No emplee cristalería expuesta a altos niveles de mercurio, como la empleada en análisis de DQO o Nitrógeno Total Kjeldahl.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

3.32.4. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio lavado con solución 1 a 1 de HNO_3 .

3.32.5. Recolectar una muestra de 1000 ml

3.32.6. Acidificar a $\text{pH} < 2$ con HNO_3 y refrigerar la muestra a $2-5^\circ\text{C}$.

3.32.7. Tiempo máximo de preservación de 28 días.

3.33. SODIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El sodio es un metal altamente soluble que se encuentra comúnmente en las aguas subterráneas. Las cantidades elevadas de sodio pueden ser perjudiciales para la salud y pueden entrar en el ciclo del agua por el uso de la sal en las carreteras o el lixiviado de los vertederos. Por eso, a veces se mide en línea para evitar que se consuma.

En las aplicaciones de las centrales eléctricas, el sodio suele medirse en la producción de agua ultrapura para utilizarlo en la generación de vapor para hacer girar las turbinas.

Típicamente, los analizadores de sodio en línea usan un electrodo selectivo de iones para detectar el sodio.

3.34. ANTIMONIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El antimonio es un elemento metaloide del grupo P con una diversidad de usos: se usa en agentes retardantes de fuego, aleaciones y pigmentos. De forma más novedosa, se usa también para el proceso de fabricación de pantallas de vidrio. El riesgo mayor de exposición al antimonio es ocupacional. El uso más concerniente del antimonio en materia de agua es como catalizador en la elaboración del polímero polietileno tereftalato o PET. Ya que puede permanecer como un residuo de la fabricación y eventualmente transferirse al agua, su presencia en el agua purificada está regulada.

3.35. CLORO TOTAL RESIDUAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La cloración tanto en agua de abastecimiento como aguas contaminadas sirve principalmente para destruir o desactivar aquellos microorganismos que producen enfermedades, adicionalmente como beneficio en el agua potable, coadyuva a la mejora en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y otras sustancias orgánicas.

RESUMEN: el cloro se usa como desinfectante, tanto para aguas de abastecimiento como para aguas contaminadas para garantizar la desactivación de los microorganismos evitando así la generación de enfermedades en el caso del agua potable y la mejora de la calidad vertida a las fuentes receptoras en el caso de las aguas residuales o servidas. La concentración de cloro disminuye con el tiempo a causa de su consumo por la destrucción de los microorganismos.

INTERFERENCIAS:

- 3.35.1. Formas oxidadas de manganeso y otros agentes oxidantes.
- 3.35.2. Los agentes reductores como los sulfuros orgánicos.
- 3.35.3. Aunque la valoración neutra minimiza el efecto de interferencia de los iones férrico y nitrito, se prefiere la valoración ácida porque algunas formas de cloro combinado no reaccionan a pH 7.
- 3.35.4. Utilizar sólo ácido acético para la valoración ácida; el ácido sulfúrico (H₂SO₄) aumentará las interferencias; nunca use ácido clorhídrico (HCl).

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El cloro en solución acuosa no es estable y el contenido de cloro de las muestras o soluciones, particularmente las soluciones débiles, disminuirá rápidamente. La exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro. Por lo tanto, inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesivas. No almacene muestras para analizarlas en busca de cloro.

3.36. ORTOFOSFATO (FÓSFORO REACTIVO TOTAL)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El fósforo se encuentra en aguas naturales y residuales casi exclusivamente como fosfatos, los cuales se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro-, meta-, y otros polifosfatos) y fosfatos orgánicos. La presencia de fósforo soluble (ortofosfatos) en los cursos de agua proviene del uso de fertilizantes, jabones, detergentes, o del suelo. A mediano plazo pueden producir en las aguas continentales proliferación de algas y otros vegetales acuáticos (eutrofización).

RESUMEN: El análisis de fósforo envuelve dos pasos generales: (a) conversión de la forma de fósforo de interés a ortofosfato disuelto, y (b) determinación colorimétrica del ortofosfato disuelto. El fósforo disuelto se determina en el filtrado de una muestra pasada a través de un filtro de 0,45 µm de diámetro de poro.

El molibdato de amonio y el tartrato de antimonio y potasio reaccionan en medio ácido con el ortofosfato para formar un heteropolíácido -ácido fosfomolibdico- que es reducido por ácido ascórbico a un complejo azul de molibdeno intensamente coloreado; sólo las formas de ortofosfato forman dicho color azul en esta prueba.

INTERFERENCIAS:

- La presencia de turbidez y color en la muestra debe corregirse elaborando un blanco.
- Las muestras con bajas concentraciones de fósforo no se deben almacenar en botellas plásticas a menos que se congelen, debido a que los fosfatos se pueden adsorber en las paredes plásticas.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- Colecte la muestra en envase de vidrio ámbar de por lo menos 100ml y no le adicione ningún preservante, refrigérelas inmediatamente a 4°C.
- Las muestras refrigeradas tienen un tiempo máximo de espera para el análisis de 48 horas.
- La muestra debe ser filtrada antes de realizar el análisis, filtrar toda la botella ya que se comparte el filtrado con los análisis de nitritos y sulfatos, siempre y cuando el volumen de muestra sea suficiente para los tres analitos.

3.37. FOSFORO TOTAL (P)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El fósforo es un elemento esencial en el crecimiento de plantas y animales. Actualmente se considera como uno de los nutrientes que controlan el crecimiento de algas, el fósforo se encuentra en aguas naturales y residuales casi exclusivamente como fosfatos, los cuales se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro-, meta-, y otros polis fosfatos) y fosfatos orgánicos. El empleo de detergentes, los cuales contienen grandes cantidades de fósforo, ha aumentado el contenido de fosfato en las aguas residuales domésticas y ha contribuido al problema de incremento del mismo en las fuentes receptoras, se usan poli fosfatos como medio de control de corrosión. Las formas de importancia del fósforo en aguas son las siguientes:

- 3.37.1. Ortofosfatos (fósforo soluble)
- 3.37.2. Polifosfatos: pirofosfatos, tripolifosfatos y metafosfatos
- 3.37.3. Fosfatos orgánicos

El contenido de fósforo ácido hidrolizable de una muestra es definido operacionalmente como la diferencia entre el fósforo reactivo medido en una muestra no tratada y el fosfato que se encuentra después de una digestión suave. Generalmente, esta incluye fosfatos condensados tales como piro-, tripoly-, y especies de muy alto peso molecular tales como hexametáfosfato.

En resumen, algunas aguas naturales contienen compuestos orgánicos de fosfato que son hidrolizados a ortofosfato bajo las condiciones del ensayo. Las polifosfatos generalmente no responden al ensayo de fósforo reactivo, pero pueden ser hidrolizados a ortofosfato por digestión con ácido. El método de digestión utilizado es el del ácido sulfúrico - ácido nítrico, recomendado en el Standard Methods 20ed., para la mayoría de las muestras y además presenta recuperaciones adecuadas.

En el Laboratorio del IDEAM se analizan con éste método muestras de agua superficial y residual en un rango de lectura de concentraciones entre 0.05 y 1.0 mg P-PO₄/L, pero el rango de concentración de las muestras esta entre 0.05 y la máxima concentración que pueda ser diluida con precisión.

El análisis de fósforo envuelve dos pasos generales:

(a) conversión de la forma de fósforo total a ortofosfato disuelto, y (b) determinación colorimétrica del ortofosfato disuelto. El molibdato de amonio y el tartrato de antimonio y potasio reaccionan en medio ácido con el ortofosfato para formar un heteropoliácido -ácido fosfomolibdico- que es reducido por ácido ascórbico a un complejo azul de molibdeno intensamente coloreado; sólo las formas de ortofosfato forman dicho color azul en esta prueba.

LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

La presencia de turbidez y color en la muestra debe corregirse elaborando un blanco. Si la turbidez es muy alta y es necesario filtrar la muestra, ésta debe hacerse sólo después de la digestión. Las muestras con bajas concentraciones de fósforo no se deben almacenar en botellas plásticas a menos que se congelen, debido a que los fosfatos se pueden adsorber en las paredes plásticas.

RESULTADOS DE LA ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

La validación indicó que el método es exacto y preciso bajo los lineamientos de calidad del laboratorio. Con un límite de detección del método en 0.050 mg/L y un rango de trabajo hasta 1.0 mg/L. Además, el método permite una recuperación mayor del 95 % del analito en la matriz agua residual. El cuadro de parámetros de la estandarización resume los resultados

TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Cuadro 1. Resumen de la estandarización.

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LÍMITE DE DETECCIÓN	0.05	mg Ptotal/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE COEFICIENTE VARIACIÓN	6.8	—	A un nivel de 0.05 mg Ptotal/L
	1.5	—	A un nivel de 1.0 mg Ptotal/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2.9	%	A un nivel de 0.05 mg Ptotal/L
	-1.6	%	A un nivel de 1.0 mg Ptotal/L
	2.9	%	Muestra Certificada
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.05 - 1.0	mg Ptotal/L	Sin dilución de la muestra.
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0.05 - 100	mg Ptotal/L	Para una dilución de hasta cien veces.
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	99.7	%	Muestra adicionada baja-M2Ab
	97.7	%	Muestra adicionada alta -M2Aa

Colecte las muestras en envases de plástico ó vidrio y presérvelas con ácido sulfúrico concentrado hasta un pH < 2. Las muestras así preservadas tienen un tiempo máximo de espera para el análisis de 28 días.

3.38. NITRATOS (N-NO₃-)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La técnica de monitoreo espectrofotométrico ultravioleta (UV) se emplea para medir la absorbancia del nitrato (NO₃⁻) a 220 nm y es adecuada para la determinación rápida de NO₃⁻ y el monitoreo de aguas con bajo contenido de materia orgánica, como aguas naturales sin contaminar y fuentes de agua potable.

RESUMEN: La materia orgánica disuelta también puede absorber a 220 nm y el NO₃⁻ no absorbe a 275 nm, por lo tanto, se usa una segunda medición a 275 nm para corregir el valor de NO₃⁻. La aplicación de esta corrección empírica está relacionada con la naturaleza y concentración de materia orgánica y puede variar de una muestra a otra.

La filtración de muestra tiene la intención de remover la posible interferencia de partículas suspendidas. La acidificación con HCl 1N está designada para prevenir la interferencia de concentraciones de hidróxido o carbonato hasta de 1000 mg CaCO₃/L. El cloruro no tiene efecto en la determinación.

INTERFERENCIAS

4. La materia orgánica disuelta, los agentes tensoactivos, el NO⁻, y el Cr⁶⁺ interfieren.
5. Varios iones inorgánicos que normalmente no se encuentran en aguas naturales, tales como clorito y clorato, pueden interferir. Se pueden preparar curvas de corrección individuales para compensar la interferencia de las sustancias inorgánicas, por medio de análisis independientes de sus concentraciones.
6. El método espectrofotométrico requiere una muestra ópticamente limpia, por lo cual las muestras turbias se deben filtrar a través de un filtro de membrana de 0,45 µm de diámetro de poro.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- ☐ Se debe realizar la recolección de la muestra en envase plástico de 500 ml, previamente lavado con ácido sulfúrico (H₂SO₄).
- ☐ Si es necesario el almacenamiento, guardar hasta por 24 h a 4°C; para almacenamientos más prolongados, preservar con 2 ml de H₂SO₄ concentrado por litro y almacenar a 4°C.

NOTA: al preservar la muestra con ácido, no es posible determinar NO⁻ y NO⁻ como especies individuales.

3.39. NITRITOS (N-NO₂-)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los nitritos se forman en la biodegradación de nitratos, nitrógeno amoniacal y otros compuestos orgánicos nitrogenados y se utiliza como indicador de contaminación fecal en aguas naturales. No se consideran tóxicos en pequeñas concentraciones, pero en grandes cantidades su consumo tiene efecto diurético. El método colorimétrico (espectrofotometría) de determinación de nitratos es aplicable a aguas residuales, efluentes y aguas contaminadas en un rango de concentraciones entre 0.006 y 0.20 mg N-NO₂/L.

RESUMEN: El nitrito (NO₂⁻) se determina a través de la formación de un colorante azo rojizo producido a un pH de 2,0 a 2,5 por acoplamiento de sulfanilamida diazotada con dihidrocloruro de N(1-naftil)-etilendiamina (diclorhidrato de NED). El aplicable del método para las mediciones espectrofotométricas es de 10 a 1.000 µg de NO⁻-N / L₂ (0,010 a 1mg/L). Las mediciones fotométricas se pueden realizar en el rango de 5 a 50 µg N/L (0.005 a 0,050mg/L), si se utiliza un trayecto de luz de 5 cm y un filtro de color verde. El sistema de color obedece la ley de Beer hasta 180 µg N / L (0,180 mg/L) con un trayecto de luz de 1 cm a 543 nm. Concentraciones más altas de NO⁻ se pueden determinar diluyendo una muestra.

El nitrógeno de nitritos raras veces aparece en concentraciones mayores de 1 mg/L, aun en fuentes de plantas de tratamiento de aguas residuales. En aguas superficiales y subterráneas su concentración por lo general es menor de 0.1 mg/L. Su presencia indica, por lo regular, procesos activos biológicos en el agua, ya que es fácil y rápidamente convertido en nitrato.

INTERFERENCIAS: La incompatibilidad química hace improbable que el NO⁻, el cloro libre y el tricloruro de nitrógeno (NCl₃) coexistirán. NCl₃ imparte un color rojo falso cuando se añade reactivo de color. Los iones siguientes interfieren debido a la precipitación en condiciones de prueba y deben estar ausentes: Sb⁺³, Au⁺³, Bi⁺³, Fe⁺³, Pb⁺², Hg⁺², Ag⁺, cloroplatinato (PtCl₆⁻²) y meta vanadato (VO₄⁻²). El ion cúprico puede causar bajos resultados catalizando la descomposición de la sal de diazonio. Los iones de color que alteran el sistema de color también deben estar ausentes. Eliminar los sólidos en suspensión por filtración.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- No utilice preservación ácida para las muestras que se analizarán para NO_2^- .
- Colecte la muestra en envase de vidrio ámbar o plástico y no le adicione ningún preservante.
- Tamaño mínimo de muestra para determinar NO_2^- es de 100 mL. Se puede tomar de la muestra recibida para Fósforo Soluble siempre y cuando el volumen sea suficiente para los dos analitos.
- La determinación debe hacerse lo más pronto posible una vez recogida la muestra para prevenir la posible conversión bacteriana de NO_2^- a NO_3^- o NH_3 . Para conservación a corto plazo durante 1 a 2 días, guardar congelar a -20°C o almacenar a 4°C .
- Filtrar únicamente en el momento de realizar el análisis

3.40. NITRÓGENO AMONIAL (NH₃)

UNIDAD DE PAGO Y MEDIDA: UNIDAD –UN

La medición del nitrógeno amoniacal en aguas es esencial para evaluar la calidad del agua, ya que altas concentraciones de amonio pueden indicar la presencia de contaminantes y tener implicaciones negativas para la salud de los ecosistemas acuáticos y la salud humana. La espectrofotometría Hach ofrece un método eficiente y preciso para realizar este análisis crucial.

Principio de la Espectrofotometría Hach para la Determinación de Nitrógeno Amoniacal

La espectrofotometría Hach para la determinación de nitrógeno amoniacal se basa en la reacción del amonio con el reactivo de fenol y el hipoclorito de sodio, formando un complejo coloreado. El color desarrollado es proporcional a la concentración de nitrógeno amoniacal en la muestra. La medida de la absorbancia de la luz a una longitud de onda específica permite cuantificar de manera precisa la cantidad de nitrógeno amoniacal presente.

El proceso de determinación de nitrógeno amoniacal mediante espectrofotometría Hach incluye los siguientes pasos:

1. **Preparación de la Muestra:** La muestra de agua se recolecta y se ajusta según sea necesario para obtener resultados precisos.
2. **Adición de Reactivos:** Se añaden el reactivo de fenol y el hipoclorito de sodio a la muestra, provocando la formación del complejo coloreado con el amonio presente.
3. **Espectrofotometría:** La muestra se introduce en un espectrofotómetro que emite luz a través de la muestra y mide la cantidad de luz absorbida a la longitud de onda específica del complejo coloreado.
4. **Calibración:** Antes de analizar las muestras, se realiza una calibración utilizando estándares de nitrógeno amoniacal conocidos para establecer la relación entre la absorbancia y la concentración de amonio.

3.41. NITRÓGENO TOTAL (N)

UNIDAD DE PAGO Y MEDIDA: UNIDAD –UN

El nitrógeno total es la suma de todas las formas de nitrógeno presentes en el agua, incluidos el amoníaco y el nitrógeno enlazado orgánicamente (nitrógeno total Kjeldahl), el nitrito y el nitrato.

3.42. COLIFORMES TERMOTOLERANTES

UNIDAD DE PAGO Y MEDIDA: UNIDAD –UN

Los coliformes fecales son capaces de fermentar la lactosa en 24 horas a temperaturas más altas, entre 44,5 y 45,5°C. Este grupo incluye tres géneros, *Escherichia*, *Enterobacter* y *Klebsiella*, siendo las cepas de *Enterobacter* y *Klebsiella* de origen no fecal. Debido a que incluyen bacterias de origen no fecal, el término coliformes fecales ha sido reemplazado gradualmente por coliformes termotolerantes.

E. coli es la bacteria más conocida dentro del grupo de coliformes termotolerantes. Su hábitat es el tracto gastrointestinal, aunque también puede introducirse en los alimentos a través de fuentes no fecales. Siendo un indicador de contaminación fecal en alimentos “in natura”

3.43. ENTEROCOCOS FECALES

UNIDAD DE PAGO Y MEDIDA: UNIDAD –UN

Los enterococos pueden considerarse como indicadores de contaminación fecal. Sin embargo, algunos enterococos presentes en las aguas pueden proceder de otros hábitats. Se pueden detectar y cuantificar las especies: *Enterococcus faecalis*, *E. faecium*, *E. durans* y *E. hirae*. Además, pueden determinarse ocasionalmente otras especies de *Enterococcus* y algunas especies de *Streptococcus* (en particular *S. bovis* y *S. equinus*). Estas especies de *Streptococcus* no tienen una supervivencia larga en agua y probablemente no puedan determinarse cuantitativamente. Como enterococos intestinales se consideran aquellos microorganismos capaces de reducir el cloruro de 2,3,5- trifeniltetrazolio (TTC) y de hidrolizar la esculina en las condiciones y sobre unos medios específicos.

2. MÉTODO Se utiliza para la determinación del número de enterococos intestinales mediante filtración de un volumen determinado del agua a analizar a través de filtros de membrana e incubación de los mismos sobre medios de cultivo a temperaturas adecuadas. Análisis microbiológico: Enterococos fecales (Norma UNE-EN ISO 7899-2: 2001) 3. PROCEDIMIENTO Se filtran 100 ml del agua a analizar previamente homogeneizada. Se coloca el filtro de membrana sobre el medio de Slanetz y Bartley y se incuban las placas a 37°C durante 48 h.

4. LECTURA E INTERPRETACIÓN Tras la incubación, se consideran como colonias típicas de enterococos todas las que muestren un color rojo, marrón o rosado, en el centro o en toda la colonia, consecuencia de la reducción del TTC (incoloro) a trifenilformazán (rojo). NOTA: Aunque no está incluido en la Normativa se realizará una tinción de Gram de una de las colonias positivas. Si hay colonias típicas se realizará un ensayo confirmativo. Para ello, con ayuda de unas pinzas estériles, se transfiere el filtro de membrana con las colonias, sin invertirla, sobre una placa con agar bilis-esculinaazida, precalentada a 44°C. Se incuba a 44°C durante 2 h y se lee la placa inmediatamente. En este medio, los enterococos hidrolizan la esculina dando origen a esculetina (6,7-dihidrocumarina) que se combina con los iones Fe³⁺ formando un compuesto de color marrón a negro. Por tanto, se considera que todas las colonias típicas que muestren un color de marrón a negro, en el medio circundante, dan reacción positiva y se cuentan como enterococos.

3.44. SALMONELLA SP - HEMITOS PARÁSITOS - PROTOZOOS PARÁSITOS HUMANOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

Así, cuando la turbidez mayor a 5 UNF sea positiva y exista una turbidez mayor a 5 UNF (Unidad Nefelom Nefelométrica de Formacina Formacina) se determinará, si la autoridad sanitaria lo considera oportuno, considera oportuno, *Cryptosporidium* u otros microorganismos o parásitos. De igual modo, sólo en el caso de un brote epidémico se lleva a efecto la investigación de microorganismos transmitidos a través del agua: *Salmonelas*, *Shigella*, *Vibrio cholerae* • Estafilococos patógenos • Bacteriófagos fecales • Enterovirus • Protozoos • Animálculos (gusanos-larvas)

PROCEDIMIENTO Preparar 3 tubos con 9 ml de agua peptonada cada uno. Inocular el caldo de peptona con diluciones decimales de la muestra de agua problema expresados en 10⁻¹, 10⁻², 10⁻³. De cada dilución depositar 1 ml en cada placa de Petri. Verter 30 ml de medio de cultivo de agar en cada placa y dejar solidificar (5-10min), invertir las placas y meterlas en la estufa a 37°C (+/- 1°C), incubar durante 48h. También se emplean placas con medio agar extracto de levadura en las que se siembra un volumen conocido de agua, y la incubación se lleva a cabo a 22°C durante 72 horas. 4. **LECTURA Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS** Transcurridos 48h (+/-3h) contar todas las colonias desarrolladas en cada placa. El resultado se expresará, como nº de bacterias totales en 1 ml. Se estima utilizando aquellos filtros de membrana que tengan 20-80 colonias de coliformes y no más de 200.

FUNDAMENTO Las bacterias aerobias son todas las bacterias heterótrofas, aerobias o anaerobias facultativas, mesófilas y psicotróficas capaces de crecer en un medio de agar nutritivo. Este recuento de colonias es útil para evaluar el estado de los recursos de agua en su origen y la eficacia del proceso de tratamiento de las aguas destinadas al consumo humano e indica la limpieza y el estado de los sistemas de distribución. De igual modo, permite detectar cambios anómalos en el número de microorganismos en la red de distribución. Así, todo aumento repentino del número obtenido puede advertir de la existencia de un foco de contaminación y requeriría su inmediata investigación. 2. **MÉTODO** Este método se basa en contar el nº de colonias desarrolladas en una placa de medio de cultivo sólido, en el que se ha sembrado un volumen conocido de agua muestra, transcurrido un tiempo y una temperatura de incubación determinados.

Siguiendo el método de filtración, se filtran 100 ml del agua a analizar, previamente homogeneizado. Se coloca el filtro de membrana sobre el medio de m-CP y se incuban las placas a 44°C durante 24 h en condiciones de anaerobiosis. 4. **LECTURA E INTERPRETACIÓN** Tras la incubación, se consideran como colonias típicas de *C. perfringens* todas las que muestren un color amarillo opaco, consecuencia de la acidificación del medio tras la fermentación de la sacarosa, y que cambien a color rosa o rojo al cabo de 20 a 30 segundos de exposición a vapores de hidróxido amónico. En general, el resto de las especies de *Clostridium* aparecen de color azul-verdoso si, además de fermentar la sacarosa, son β -D-glucosidasa positivas (hidrolizan el indoxil- β -D-glucósido) o de color púrpura si no fermentan la sacarosa. NOTA: Aunque no está incluido en la Normativa se realizará una tinción de Gram de una de las colonias positivas para observar al microscopio.

Las bacterias incluidas en el género *Clostridium* tienen morfología bacilar, son Gram positivas, anaerobias estrictas y capaces de formar esporas. La especie *C. perfringens* está normalmente presente en heces. Sus esporas son resistentes al calor, a los procesos de desinfección y a los tratamientos de depuración habituales de las aguas (cloración), por lo que su supervivencia en agua es mayor. La diferenciación de *C. perfringens* de otras especies de *Clostridium*, se basa en su capacidad de fermentar la sacarosa con producción de ácido, en su incapacidad de fermentar la celobiosa (debido a la ausencia de β -D-glucosidasa) y en la producción de fosfatasa ácida. 2. **MÉTODO** Se utiliza el método de filtración para la determinación del número de *C. perfringens* mediante filtración de un volumen determinado del agua a analizar a través de filtros de membrana e incubación de los mismos sobre medios de cultivo a temperaturas adecuadas.

3.45. BORO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

uno de los micronutrientes esenciales de las plantas. es de gran importancia en la agricultura por sus propiedades regulatorias del crecimiento. especialmente de las hojas'. Cuando el B se asocia con formulaciones orgánicas se obtiene un producto de alta disponibilidad de B para las plantas.

El fertilizante analizado es un líquido, cuya formulación contiene melaza, con mayor concentración de sacarosa, que permite coordinar al boro evitando que precipite dentro de un rango de pH.

3.46. ACIDEZ TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

La acidez Total es un parámetro importante utilizado para determinar la calidad del agua (*superficial, potable, aguas residuales*). La acidez afecta muchas cosas, incluidas las velocidades de reacción química, los procesos biológicos y el comportamiento corrosivo., También se puede utilizar para monitorear la contaminación en aguas residuales y agua potable. La acidez titulable total es una medida cuantitativa de la capacidad de la muestra de agua para reaccionar con una solución de base fuerte a un valor de pH específico. Muchas especies químicas pueden contribuir a la medición de la acidez según el método de análisis. Estas especies pueden incluir ácidos fuertes (*ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido sulfúrico, etc.*), ácidos débiles (*ácido acético, ácido carbónico, etc.*)

3.47. ALCALINIDAD TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La alcalinidad total es otro parámetro importante de controlar, ya que ayuda a verificar si el agua presenta la concentración adecuada de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos que hacen que no disminuya el pH en presencia de ácidos. la alcalinidad total se define como la cantidad de ácido necesario para llevar una muestra a un pH de 4,5 (el segundo punto de equivalencia de valoración del ion carbonato). Grosso modo, la alcalinidad total equivale al contenido total del agua de iones hidroxilo, carbonato y bicarbonato.

3.48. DUREZA TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Según la clasificación de la Organización Mundial de la Salud (OMS), se define como agua blanda la que presenta concentraciones inferiores a 60 mg/L de carbonato de calcio (CaCO_3), medianamente dura entre 61 y 120 mg/L, dura entre 121 y 180 mg/L y muy dura aquella con valores superiores a 180 mg/L. La dureza, por lo general, se expresa como el número equivalente de miligramos de carbonato de calcio (CaCO_3) por litro. Es decir, si la concentración total de Ca^{2+} y Mg^{2+} es 1 mM, se dice que la dureza es 100 mg L⁻¹ de CaCO_3 (=1 mM de CaCO_3).

4. AGUA CRUDA

4.1. TURBIEDAD

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: los nefelómetros electrónicos son los instrumentos preferidos para la medición de la turbidez del agua, la cual es causada por materia en suspensión y coloidal como arcilla, limo, materia orgánica e inorgánica finamente dividida y plancton y otros organismos microscópicos. Consiste en la medida de la dispersión y absorción de la luz que ejercen las partículas presentes en el agua, dificultando la transmisión de la misma sin cambio en la dirección y nivel de flujo a través de la muestra.

RESUMEN: El método consiste en la comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra respecto a la intensidad de la luz dispersada por una suspensión estándar de referencia en iguales condiciones. Cuando mayor sea la intensidad de la luz dispersada, mayor la turbiedad.

INTERFERENCIAS:

La turbidez se puede determinar para cualquier muestra de agua la cual esté libre de desechos y sedimentos gruesos de sedimentación rápida

Cristalería sucia

Presencia de burbujas de aire que dan falsos resultados.

El color verdadero, causado por sustancias disueltas que absorben la luz generan que la turbidez medida sea baja, sin embargo, en el agua tratada, este efecto no es significativo.

EQUIPOS Y MATERIALES

Nefelómetro de laboratorio o de proceso, el cual es la fuente de luz para iluminar la muestra y uno o más

detectores fotoeléctricos con un dispositivo de lectura para indicar la intensidad de la luz dispersa a un ángulo de 90° de la luz incidente. La sensibilidad del aparato debe permitir detectar diferencias de turbidez de 0.02 NTU, se pueden requerir varios rangos para la cobertura adecuada y sensibilidad suficiente para turbidez baja. Tener en cuenta que se cuenta con:

Lámpara de filamento de tungsteno que funcione a temperatura de color entre 2200 y 3000°K

Distancia total recorrida por la luz incidente y dispersa dentro del tubo de máximo 10 cm.

Ángulo de aceptación de la luz por el detector centrado a 90° con respecto a la trayectoria de la luz incidente y no exceder $\pm 30^\circ$ desde 90° .

Celdas para muestra: deben ser celdas o tubos de vidrio o plástico transparente e incoloro, las cuales se deben limpiar minuciosamente tanto por dentro como por fuera, desechar las que están rayadas o grabadas. Nunca manejarlos donde el haz de luz del instrumento los incidirá, se deben utilizar tubos lo suficientemente largos o con funda protectora que permita su correcta manipulación. Al llenar las celdas con muestra o estándar se deben agitar y dejar el tiempo necesario para que escapen las burbujas.

Lavar las celdas o tubos con jabón de laboratorio por dentro y por fuera, luego lavar con agua destilada y dejar que sequen al aire, se deben manipular solo de la parte superior, evitando suciedad y huellas dactilares. Se puede emplear aceite de silicona con el mismo índice de refracción del vidrio, pero no en abundante cantidad pues puede atraer suciedad y contaminar la muestra, este se debe esparcir con un paño suave que no suelte pelusa.

Emplear pares de celdas coincidentes o la misma celda para la estandarización y la medición de muestra para evitar interferencia en la medición.

REACTIVOS

Agua de dilución: el agua de alta pureza provocará cierta dispersión de luz, detectada por el equipo como turbidez, para obtener agua de baja turbidez para diluciones (valor nominal

0.02 NTU) se debe pasar agua de grado reactivo de laboratorio a través de un filtro con tamaño de poro que elimine partículas mayores de $0.1 \mu\text{m}$; o hacer uso de aguas desmineralizadas con poca turbidez.

Suspensión estándar primaria de formazina:

Solución I: disuelva 1000 g de sulfato de hidracina en agua destilada y diluir a 100 mL en un matraz aforado.

Solución II: disuelva 10 g de hexametilentetramina en agua destilada y diluir a 100 mL en un matraz aforado.

En un matraz mezcle 5 mL de solución I y 5 mL de solución II, dejar reposar 24 h a $\pm 3^\circ\text{C}$. Se obtiene una suspensión de 4000 NTU, la cual se debe transferir a un vaso ámbar que bloquee la luz UV para almacenamiento.

Diluir suspensiones de turbidez: diluir la suspensión estándar de 4000 NTU con agua de dilución de alta calidad, prepararla inmediatamente antes de usar.

Estándares secundarios: son aquellos estándares que el fabricante ha certificado, proporcionan resultados de calibración de los instrumentos equivalentes a los resultados obtenidos con el estándar. Dentro de esto se encuentran suspensiones de stock comercial de formazina de 4000 NTU, suspensiones de microesferas de copolímero de estireno-divilbenceno y artículos suministrados por el fabricante como celdas con suspensión de látex o con partículas de óxido metálico en un gel de polímero. Se recomienda usar suspensiones específicas del tipo de nefelómetro utilizado.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: Se debe determinar la turbidez lo antes posible después de tomar la muestra, para obtener los mejores resultados, sin alterar las condiciones originales de la muestra, como la temperatura o el pH. Agite suavemente todas las muestras antes del examen.

para garantizar una medición representativa. La conservación de la muestra no es práctica; sin embargo, si es necesaria, refrigere o enfríe a 4°C, para minimizar la descomposición microbiológica de sólidos.

PROCEDIMIENTO

Técnicas generales de medición: es importante prestar atención a las técnicas de medición adecuadas independientemente del instrumento utilizado. Mida la turbidez inmediatamente para evitar cambio de temperatura, floculación y sedimentación de partículas que cambien las características de la muestra. Evite la dilución siempre que sea posible, elimine aire u otros gases atrapados en la muestra antes de realizar la medición. No elimine las burbujas de aire dejando la muestra en reposo, pues las partículas pueden asentarse y la temperatura de la muestra puede cambiar.

Calibración del Nefelómetro: siguiendo las instrucciones del fabricante, midiendo al menos un estándar en cada uno de los rangos de medición a utilizar, asegurándose que el equipo de medidas estables en todos los rangos de sensibilidad. Se debe ser cuidadoso en la manipulación de las celdas, desgasificación y tratamiento para la condensación en las celdas.

Medición de la turbidez: Agite suavemente la muestra, espere a que desaparezcan las burbujas y vierta la muestra en la celda, introduzca la celda en el nefelómetro y lea la turbidez de la misma. Reporte la turbidez de la siguiente manera

RANGO DE TURBIDEZ NTU	REPORTE AL MÁS CERCANO NTU
0-1.0	0.05
1-10	0.1
10-40	1
40-100	5
100-400	10
400-1000	50
>1000	100

Calibración de monitores continuos de turbidez: realice calibración continua con patrón primario de formazina o patrón secundario apropiado.

CONTROL DE CALIDAD

Realice una buena limpieza de las celdas con aceite de silicona.

Agite la muestra antes de realizar la medición y verifique que al verterla en la celda no se generen burbujas que interfieran en la medición.

Realice calibración del equipo de acuerdo con las indicaciones del fabricante con periodicidad con el estándar indicado.

4.2. COLOR APARENTE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El color es el resultado de la presencia de iones metálicos naturales (hierro y manganeso), humus, plancton, malezas y otros desechos, el color aparente se refieren o solo al color por sustancias en solución sino el debido a materia en suspensión. Se determina en la muestra original sin filtración ni

centrifugación.

El método platino-cobalto es útil para medir el color del agua potable y de aquella en la que el color se debe a materiales naturales, no es aplicable para aguas residuales industriales muy coloreadas.

RESUMEN: Se determina mediante la comparación visual de la muestra con concentraciones de soluciones coloreadas, la comparación también se puede hacer con discos de color de vidrio especiales y calibrados.

El método estándar es la medición del color platino-cobalto, siendo la unidad de color 1 mg de platino/L en forma de ion cloroplatinato. La proporción platino-cobalto se puede variar para igualar el tono en casos especiales

4.3 PH

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El método 9040 se usa para medir el pH de residuos acuosos y aquellos residuos donde la fase acuosa constituye al menos el 20% del volumen total del residuo. La corrosividad de ácidos y bases concentradas, o de estos mezclados con sustancias inertes, no puede medirse. La medición del pH requiere algún contenido de agua.

RESUMEN: El pH de una muestra es determinado electrométicamente usando un electrodo de vidrio en combinación con un potencial de referencia o un electrodo de combinación. El dispositivo de medición es calibrado usando una serie de soluciones estándares de pH conocido.

INTERFERENCIAS:

- El electrodo de vidrio, en general, no está sujeto a interferencias de la solución como el color, la turbiedad, la materia coloidal, los oxidantes, los reductores, o la salinidad moderada (solución molar <0.1).
- Los errores por sodio a niveles de pH mayores a 10 pueden reducirse o eliminarse usando electrodos con bajo error por sodio.
- Los recubrimientos del material aceitoso o el material particulado pueden alterar la respuesta del electrodo. Dichos recubrimientos pueden usualmente removerse mediante un lavado suave o un lavado con detergente, seguido de un enjuague con agua destilada. Un tratamiento con ácido clorhídrico (1:10) puede necesitarse para remover cualquier película remanente.
- Los efectos de la temperatura en la determinación electrométrica del pH provienen de dos fuentes. La primera es causada por el cambio en la señal de salida del electrodo a varias temperaturas. Esta interferencia debe controlarse con instrumentos utilizando un compensador de temperatura o calibrando el sistema (electrodo- medidor) a la temperatura de las muestras. La segunda fuente de los efectos de la temperatura en la variación cambio del pH se debe a los cambios de temperatura en la muestra. Este error depende de la muestra y no puede controlarse. Por lo tanto, debe reportarse la temperatura y el pH de la muestra en el momento del análisis.

EQUIPOS Y MATERIALES

- pH-metro: Modelo de campo o de laboratorio. Varios instrumentos están disponibles en el mercado con variedad de especificaciones y equipos opcionales.
- Electrodo de vidrio.
- Electrodo de referencia: Puede usarse un electrodo de cloruro de plata-plata u otra referencia con potencial constante.
- NOTA: Es conveniente usar e incorporar electrodos combinados de medición y referencia.

Dichos electrodos se encuentran disponibles en el mercado con materiales de llenado sólidos o de tipo gel, además dichos electrodos requieren un mínimo mantenimiento.

- Agitador magnético y barra de agitación con recubrimiento de teflón.
- Termómetro y/o sensor de temperatura para compensación automática.
- Soluciones tampón para calibración.

REACTIVOS

- Deben usarse reactivos de calidad analítica en todas las pruebas. A menos que se de alguna indicación, todos los reactivos a usar deben estar de acuerdo con las especificaciones dadas por el Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Americana de Química, donde tales especificaciones están disponibles. Otras clasificaciones pueden usarse, siempre y cuando el reactivo tenga la pureza necesaria para permitir su uso sin disminuir la precisión en la determinación.
- Sales estándares tampones primarias se encuentran disponibles en el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST) y pueden usarse en situaciones donde se requiere una alta precisión. La preparación de las soluciones de referencia de dicha requiere de precauciones especiales tales como usar agua de dilución para baja conductividad, usar hornos de secado y usar gas de purga libre de dióxido de carbono. Dichas soluciones deben remplazarse al menos una vez por mes.
- Soluciones tampones estándares secundarias pueden prepararse de las sales de la NIST o adquirirse de vendedores comerciales de soluciones. Dichas soluciones comerciales se han validado al compararlas con las sales de la NIST y son recomendadas para un uso rutinario.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.
- Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible.
- Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

PROCEDIMIENTO

e) CALIBRACIÓN:

A causa de la gran variedad de pH-metros y accesorios, procedimientos detallados de operación de operación que pueden incluirse en este método. Cada análisis debe reportarse con la operación de cada sistema y particularmente con todas las funciones de los instrumentos. Se recomienda prestar especial atención al cuidado de los electrodos.

Cada instrumento o sistema de electrodos debe calibrarse con un mínimo de dos puntos que soporten el pH esperado de las muestras y que estén separados entre sí tres unidades de pH o más. (Para la caracterización de la corrosividad, la calibración del pH-metro debe incluir una solución tampón de pH 2 para residuos ácidos y una solución tampón de pH 12 para residuos cáusticos; también, para la caracterización de la corrosividad, la muestra debe medirse a $25 \pm 1^\circ\text{C}$ si el pH del residuo es mayor a 12.). Varios diseños de instrumentos pueden incluir el uso de un dial (para "balancear" o "estandarizar") o de un ajuste de pendiente, de acuerdo con las instrucciones que señale el fabricante. Realizar ajustes repetitivos en porciones sucesivas de las dos soluciones tampones hasta que las lecturas obtenidas estén dentro de un rango de ± 0.05 unidades de pH del valor de la solución tampón.

Colocar la muestra o la solución tampón en un beaker de vidrio limpio usando el suficiente volumen

de tal forma que cubra totalmente el sensor del electrodo. Colocar el electrodo de tal forma que no interfiera el movimiento de la barra de agitación magnética. Si se está tomando una medición en campo, los electrodos deben sumergirse en la corriente de muestreo a una adecuada profundidad. Los electrodos deben agitarse de tal forma que se asegure que la muestra se mueva alrededor del sensor de cada electrodo. Un indicativo de lo anterior es obtener lecturas con diferencias menores a 0.1 unidades de pH entre los duplicados.

Si la temperatura de la muestra difiere en más de 2°C de la temperatura de la solución tampón, la medida del pH debe corregirse. Los instrumentos están equipados con compensadores manuales o automáticos que ajustan electrónicamente las diferencias de medida debidas a los cambios en temperatura. Referirse a las especificaciones del fabricante.

Enjuagar completamente y limpiar suavemente los electrodos antes de cada medición del pH de las muestras. Sumergir los electrodos dentro del beaker con la muestra o en la corriente de muestreo y agitar suavemente a una tasa constante para lograr una buena homogenización y mantener los sólidos en suspensión. Anotar y registrar el pH y la temperatura de la muestra. Repetir las mediciones con alícuotas sucesivas de muestra hasta obtener valores que difieran en menos de 0.1 unidades de pH. Dos o tres cambios de volumen son por lo general suficientes.

f) PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y MEDIDA DEL pH

Pese 20g de muestra en un beaker de 50ml adicione 50 ml de agua deionizada, cubra y agite por cinco minutos.

Si la temperatura difiere por más de 2°C de la solución buffer, la medida del valor del pH debe ser corregida.

CONTROL DE CALIDAD

Referirse al capítulo 1 del manual EPA SW-846.

Los electrodos deben limpiarse con agua destilada entre muestra y muestra.

4.4 CLORO RESIDUAL LIBRE O RESIDUAL DEL DESINFECTANTE USADO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La cloración tanto en agua de abastecimiento como aguas contaminadas sirve principalmente para destruir o desactivar aquellos microorganismos que producen enfermedades, adicionalmente como beneficio en el agua potable, coadyuba a la mejora en la calidad del agua resultante de la reacción del cloro con amoníaco, hierro, manganeso, sulfuro y otras sustancias orgánicas.

La concentración mínima detectable es aproximadamente 40 µg Cl como Cl₂/L si se usa sulfato de sodio (Na₂S₂O₃) 0.01N en este método.

RESUMEN: el cloro liberará yodo libre de las soluciones de yoduro de potasio (KI) a pH 8 o menos. El yodo liberado se titula con una solución estándar de tiosulfato de sodio (Na₂S₂O₃) con almidón como indicador. Valorar a pH 3 a 4 porque la reacción no es estequiométrica a pH neutro debido a la oxidación parcial del tiosulfato a sulfato.

INTERFERENCIAS:

Formas oxidadas de manganeso y otros agentes oxidantes. Los agentes reductores como los sulfuros orgánicos. Aunque la valoración neutra minimiza el efecto de interferencia de los iones férrico y nitrito, se prefiere la valoración ácida porque algunas formas de cloro combinado no reaccionan a pH 7.

Utilizar sólo ácido acético para la valoración ácida; el ácido sulfúrico (H₂SO₄) aumentará las interferencias; nunca use ácido clorhídrico (HCl).

EQUIPOS Y MATERIALES:

Matraz
Cazuela de porcelana blanca Bureta
Agitadores magnéticos Agitador de vidrio

REACTIVOS:

- o) Ácido acético.
- p) Cristales de Yoduro de potasio, KI.
- q) Tiosulfato de sodio estándar, 0.1N: disolver 25g de Na₂S₂O₃·5H₂O en 1L de agua destilada recién hervida y estandarizar contra el bi-yodato de potasio o el dicromato de potasio después de por lo menos 2 semanas de almacenamiento. Este almacenamiento inicial es necesario para permitir la oxidación de cualquier ion bisulfito presente. Usar agua destilada hervida y agregue unos mililitros de CHCl₃ (cloroformo) para minimizar la descomposición bacteriana.

Estandarice 0.1N de tiosulfato de sodio, por alguno de los siguientes métodos:

4. Método de yodo: disuelva 3,249 g de potasio biyodato, calidad estándar primaria, o 3.567g de yodato potásico secado a 103±2°C durante 1h, en agua destilada i diluir a 1000ml para producir una solución de 0.1000N. Conservar en frasco de vidrio con tapón.

A 80 ml de agua destilada, agregue agitando constantemente, 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, 10ml de potasio biyodato 0.1000N y 1g de yoduro de potasio. Valorar inmediatamente con titulante 0.1N Tiosulfato de Sodio hasta que desaparezca el color azul.

5. Método de dicromato: disuelva 4,904 g de dicromato de potasio anhidro, K₂Cr₂O₇, de calidad estándar primaria, en agua destilada y diluya a 1000 ml para obtener una solución de 0,1000 N. Conservar en un frasco con tapón de vidrio. Proceda como en el método del yodato, con las siguientes excepciones: Sustituya el yodato con 10,00 ml de K₂Cr₂O₇ 0,1000N y deje reposar la mezcla de reacción

6 minutos en la oscuridad antes de valorar con el valorante Na₂S₂O₃ 0,1N.

$$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ Normalizado} = \frac{1}{\text{ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ consumido}} \times \frac{\text{g de yodato potásico}}{1000}$$

- r) Titulante estándar de tiosulfato de sodio 0.01N o 0.025N: mejore la estabilidad de 0.01N o 0.025N Na₂S₂O₃ diluyendo una solución envejecida 0.1N, preparada como se indica arriba, con agua destilada recién hervida. Agregue 4 g de borato de sodio y 10 mg de yoduro de mercurio / L de solución. Para un trabajo preciso, estandarice esta solución diariamente de acuerdo con las instrucciones dadas anteriormente, usando yodato 0.01N o 0.025N o K₂Cr₂O₇. Utilice volúmenes suficientes de estas soluciones estándar para que su dilución final no sea superior a 1 + 4.

Para acelerar las operaciones en las que se deben valorar muchas muestras, utilice una bureta automática de un tipo en el que el caucho no entre en contacto con la solución. Los titulantes estándar, 0,0100 N y 0,0250 N, son equivalentes, respectivamente, a 354,5 mg y 886,3 mg de Cl₂/1 ml.

- s) Solución indicadora de almidón
- t) Yodo estándar, 0.1N
- u) Yodo diluido estándar, 0.0282N

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El cloro en solución acuosa no es estable y el contenido de cloro de las muestras o soluciones, particularmente las soluciones débiles, disminuirá rápidamente. La exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro. Por lo tanto, inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesivas. No almacene muestras para analizarlas en busca de cloro.

PROCEDIMIENTO:

9. Volumen de muestra: seleccione un volumen de muestra que no requiera más de 20 ml 0.01N de tiosulfato de sodio, ni menos de 0.2 ml para el punto final de yoduro de almidón. Para un rango de cloro de 1 a 10 mg/L use una muestra de 500 ml, y por encima de 10 mg/L utilice proporcionalmente menos muestra.

10. Preparación para la titulación: colocar 5 ml de ácido acético, o lo suficiente para reducir el pH entre 3 y 4 en un matraz o cazuela de porcelana blanca. Agregue 1 g de KI (yoduro de potasio) a la muestra y mezcle con una varilla de agitación.

11. Valoración: se debe realizar lejos de la luz solar directa. Agregue tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N en una bureta y títule hasta que el color amarillo del yodo liberado casi desaparezca, agregue 1 ml de solución de almidón y valore hasta que desaparezca el color azul.

12. Titulación del blanco: Tomar un volumen de agua destilada correspondiente a la muestra utilizada para la titulación, agregar 5 ml de ácido acético, 1 g de KI y 1 ml de solución de almidón. Realice la titulación en blanco así:

- a) Si aparece un color azul, valorar con tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N hasta que desaparezca el color azul y registrar el resultado. B es negativo.
- b) Si no aparece el color azul, valore con una solución de yodo 0.0282N hasta que aparezca el color azul. Valorar en negro con tiosulfato de sodio 0.025N o 0.01N y registrar la diferencia. B es positivo.

Antes de calcular la concentración de cloro, reste la titulación en blanco de a) de la titulación de la muestra; o si es necesario, agregue el valor neto equivalente de la titulación en blanco en b).

A = ml titulación para muestra

B = ml titulación para blanco (positivo o negativo N = normalidad de tiosulfato de sodio).

CONTROL DE CALIDAD:

El cloro en solución acuosa no es estable, el contenido disminuirá rápidamente. Evite la exposición a la luz solar u otra luz intensa o agitación acelerará la reducción del cloro.

Inicie las determinaciones de cloro inmediatamente después del muestreo, evitando la luz y la agitación excesivas.

4.9 COLIFORMES TOTALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN

- La presencia de *Escherichia Coli* es un indicador de contaminación fecal y posible presencia de patógenos entéricos. El método de enzima sustrato es un método el cual detecta coliformes totales y *E. Coli*, requiere menor tiempo (18- 24 horas) y es más preciso. El método detecta hasta < 3 bacterias/100 mL y disminuye la interferencia de organismos heterotróficos.
- El método se basa en la hidrólisis por parte de enzimas específicas presentes en los

coliformes totales y E. Coli de un sustrato cromogénico, 5-bromo-4-cloro-3-indolil- β -D- galactopiranosido (X- GAL), y un sustrato fluorogénico, 4-metil-umbeliferil-B-D- glucurónido (MUG). Al usar este método los coliformes son definidos como toda bacteria que posea la enzima B-D- galactosidasa.

RESÚMEN DEL MÉTODO

- Esterilizar el material que se va a usar en la autoclave.
- Preparación de la solución salina al 0.85 % en la cual se realizará las diluciones respectivas de la muestra.
- Preparación del medio de cultivo LMX fluorocult y llevarlo a los tubos taparosca.
- Realizar las diluciones y siembras correspondientes y llevar a la incubadora a 35°C por 24 a 48 horas.
- Sacar los tubos de la incubadora y observar si se presenta cambio de color, contar los tubos positivos para cada dilución y reportar positivo para coliformes totales. Ir a la tabla 5 para determinar el NMP/mL.
- Alumbra en la oscuridad los tubos que dieron positivo para coliformes totales con una lámpara de fluorescencia, aquellos que presentan fluorescencia se informan positivos para E. Coli. Contar los tubos positivos por cada dilución sembrada y determinar con la tabla 5 el NMP/mL de E. Coli.

INTERFERENCIAS

- Una preparación errónea de los tubos de dilución, ya que si la solución no es isotónica las bacterias pueden morir al no poder regular la presión osmótica.
- Marcar erróneamente al momento del conteo de los resultados.
- Asegurarse de agitar vigorosamente cada una de las diluciones antes de realizar la siguiente, y de realizar correctamente el pipeteo.
- Realizar el conteo de las muestras antes del tiempo estipulado puede ocasionar errores en la lectura.
- Temperaturas inadecuadas en la incubación de las muestras, temperaturas muy altas pueden matar a los microorganismos mientras que por lo contrario bajas temperaturas pueden evitar que las bacterias crezcan rápidamente.

EQUIPOS Y MATERIALES

- Frasco con 90 mL de solución salina al 0.85%.
- Tubos taparosca con solución salina al 0.85%.
- Balanza.
- Incubadora a 35°C.
- Lámpara UV 360 nm.
- Pipetas de 1 mL.
- Tubos taparosca con caldo LMX fluorocult.
- Pipetas de 10 mL.
- Bolsas ziploc.
- Autoclave.
- Caja de fósforos.
- Gradilla para tubos de ensayo.
- Pipeteador.
- Solución de alcohol al 70%.
- Servilletas.

- Rollo de papel vinipel.

REACTIVOS Y ESTÁNDARES

- i) PREPARACIÓN DEL MEDIO DE CULTIVO LMX FLUOROCULT: Suspender 17 gramos del medio de cultivo en 1 litro de agua destilada y disolver hasta ebullición. Posteriormente distribuir el medio de cultivo preparado en los contenedores finales y esterilizar en autoclave a 121°C por 15 minutos.
- j) PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN SALINA (NaCl) AL 0.85%: Suspender 0.85 gramos de NaCl en 100 mL de agua destilada. Distribuir en contenedores finales y esterilizar en autoclave a 121°C por 15 minutos.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA: La muestra deberá ser tomada y transportada en condiciones de refrigeración (4°C) y ser analizada antes de 24 horas.

CALIBRACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN: Se debe realizar un control de esterilidad del medio de cultivo sin inocular, el cual se incuba junto con las muestras en iguales condiciones de temperatura y tiempo.

PROCEDIMIENTO

- Desinfectar el lugar de trabajo con etanol al 70% y prender el mechero.
- Homogenizar la muestra, y tomar de esta 10 mL para posteriormente depositarlos en el frasco con 90 mL de NaCl al 0.85% estéril (dilución 10-1).
- Agitar el frasco vigorosamente.
- Transferir 1 mL de la dilución anterior a un tubo que contenga 9 mL de NaCl al 0.85% estéril y mezclar de nuevo vigorosamente (dilución 10-2).
- Continuar haciendo las diluciones necesarias. El rango de las diluciones preparadas y sembradas depende de la naturaleza de la muestra, es recomendable sembrar mínimo 3 diluciones.
- De cada una de las diluciones decimales seriadas se siembra 1 mL por triplicado en tubos tapados que contienen 10 mL de caldo LMX fluorocult. Llevar los tubos a incubación a 35±2°C durante 24 a 48 horas.

CONTROL DE CALIDAD: Como control negativo de esterilidad se debe incubar un tubo de caldo LMX fluorocult sin inocular a 35±2°C durante 24 a 48 horas.

CÁLCULOS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS: Sacar los tubos de la incubadora y observar el cambio de color de los mismos.

- El cambio de color amarillo original del medio de cultivo LMX fluorocult a color verde indica presencia de coliformes totales. Contar los tubos positivos por cada una de las diluciones sembradas y con la ayuda de la tabla 5 determinar el NMP/mL de coliformes totales utilizando la fórmula:

$$\text{NMP/mL} = \text{Número que está en la tabla} * \frac{\text{Factor inverso de dilución intermedia}}{100}$$

mL

- Alumbrar en la oscuridad los tubos que dieron positivo para coliformes totales con una lámpara de fluorescencia con longitud de onda de 366 nm. Aquellos que presentan fluorescencia se informan positivos para E. Coli.

- Contar los tubos positivos por cada dilución sembrada y determinar con la tabla 5 el NMP/mL de E. Coli utilizando la formula anterior.

4.10. E. COLI

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN

- La presencia de Escherichia Coli es un indicador de contaminación fecal y posible presencia de patógenos entéricos. El método de enzima sustrato es un método el cual detecta coliformes totales y E. Coli, requiriendo menor tiempo (18- 24 horas) y es más preciso. El método detecta hasta < 3 bacterias/100mL y disminuye la interferencia de organismos heterotróficos.
- El método se basa en la hidrólisis por parte de enzimas específicas presentes en los coliformes totales y E. Coli de un sustrato cromogénico, 5-bromo-4-cloro-3- indolil- β -D-galactopiranosido (X-GAL), y un sustrato fluorogénico, 4-metil- umbeliferil-B-D-glucuronido (MUG). Al usar este método los coliformes son definidos como toda bacteria que posea la enzima B-D- galactosidasa.

RESÚMEN DEL MÉTODO

- Esterilizar el material que se va a usar en la autoclave.
- Preparación de la solución salina al 0.85 % en la cual se realizará las diluciones respectivas de la muestra.
- Preparación del medio de cultivo LMX fluorocult y llevarlo a los tubos tapados.
- Realizar las diluciones y siembras correspondientes y llevar a la incubadora a 35°C por 24 a 48 horas.
- Sacar los tubos de la incubadora y observar si se presenta cambio de color, contar los tubos positivos para cada dilución y reportar positivo para coliformes totales. Ir a la tabla 5 para determinar el NMP/mL.
- Alumbrar en la oscuridad los tubos que dieron positivo para coliformes totales con una lámpara de fluorescencia, aquellos que presentan fluorescencia se informan positivos para E. Coli. Contar los tubos positivos por cada dilución sembrada y determinar con la tabla 5 el NMP/mL de E. Coli.

INTERFERENCIAS

- Una preparación errónea de los tubos de dilución, ya que si la solución no es isotónica las bacterias pueden morir al no poder regular la presión osmótica.
- Marcar erróneamente al momento del conteo de los resultados.
- Asegurarse de agitar vigorosamente cada una de las diluciones antes de realizar la siguiente, y de realizar correctamente el pipeteo.

□

- Realizar el conteo de las muestras antes del tiempo estipulado puede ocasionar errores en la lectura.
- Temperaturas inadecuadas en la incubación de las muestras, temperaturas muy altas pueden matar a los microorganismos mientras que por lo contrario bajas temperaturas pueden evitar que las bacterias crezcan rápidamente.

EQUIPOS Y MATERIALES

- Frasco con 90 mL de solución salina al 0.85%.
- Tubos taparosca con solución salina al 0.85%.
- Balanza.
- Incubadora a 35°C.
- Lámpara UV 360 nm.
- Pipetas de 1 mL.
- Tubos taparosca con caldo LMX fluorocult.
- Pipetas de 10 mL.
- Bolsas ziploc.
- Autoclave.
- Caja de fósforos.
- Gradilla para tubos de ensayo.
- Pipeteador.
- Solución de alcohol al 70%.
- Servilletas.
- Rollo de papel vinipel.

REACTIVOS Y ESTÁNDARES

k) PREPARACIÓN DEL MEDIO DE CULTIVO LMX FLUOROCULT: Suspender 17 gramos del medio de cultivo en 1 litro de agua destilada y disolver hasta ebullición. Posteriormente distribuir el medio de cultivo preparado en los contenedores finales y esterilizar en autoclave a 121°C por 15 minutos.

l) PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN SALINA (NaCl) AL 0.85%: Suspender 0.85 gramos de NaCl en 100 mL de agua destilada. Distribuir en contenedores finales y esterilizar en autoclave a 121°C por 15 minutos.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA: La muestra deberá ser tomada y transportada en condiciones de refrigeración (4°C) y ser analizada antes de 24 horas.

CALIBRACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN: Se debe realizar un control de esterilidad del medio de cultivo sin inocular, el cual se incuba junto con las muestras en iguales condiciones de temperatura y tiempo.

PROCEDIMIENTO

- Desinfectar el lugar de trabajo con etanol al 70% y prender el mechero.
- Homogenizar la muestra, y tomar de esta 10 mL para posteriormente depositarlos en el frasco con 90 mL de NaCl al 0.85% estéril (dilución 10-1).
- Agitar el frasco vigorosamente.
- Transferir 1 mL de la dilución anterior a un tubo que contenga 9 mL de NaCl al 0.85% estéril y mezclar de nuevo vigorosamente (dilución 10-2).
- Continuar haciendo las diluciones necesarias. El rango de las diluciones preparadas y sembradas depende de la naturaleza de la muestra, es recomendable sembrar mínimo 3 diluciones.
- De cada una de las diluciones decimales seriadas se siembra 1 mL por triplicado en tubos taparosca que contienen 10 mL de caldo LMX fluorocult. Llevar los tubos a incubación a 35±2°C durante 24 a 48 horas.

CONTROL DE CALIDAD: Como control negativo de esterilidad se debe incubar un tubo de caldo LMX fluorocult

sin inocular a 35±2°C durante 24 a 48 horas.

CÁLCULOS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS: Sacar los tubos de la incubadora y observar el cambio de color de los mismos.

El cambio de color amarillo original del medio de cultivo LMX fluorocult a color verde indica presencia de coliformes totales. Contar los tubos positivos por cada una de las diluciones sembradas y con la ayuda de la tabla 5 determinar el NMP/mL de coliformes totales utilizándola fórmula:

$$\text{NMP/mL} = \text{Número que está en la tabla} * \frac{\text{Factor inverso de dilución intermedia}}{100}$$

- Alumbrar en la oscuridad los tubos que dieron positivo para coliformes totales con una lámpara de fluorescencia con longitud de onda de 366 nm. Aquellos que presentan fluorescencia se informan positivos para E. Coli.
- Contar los tubos positivos por cada dilución sembrada y determinar con la tabla 5 el NMP/mL de E. Coli utilizando la fórmula anterior.

Tabla 2. Volúmenes de muestra GGA

No de tubos positivos				Límites de confianza	
DILUCIONES				Inf. Super	Inf. Super
10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	NMP/g	99%	95%
0	1	0	<3	<1.23	<1.17
1	0	0	3.6	<1.28	1.21
1	0	1	7.2	1.35	2.27
1	1	0	7.3	1.36	2.28
1	2	0	11	2.44	4.35
2	0	0	9.1	1.50	2.38
2	0	1	14	3.62	5.48
2	1	0	15	3.65	5.50
2	1	1	20	5.77	8.61
2	2	0	21	5.80	8.63
3	0	0	23	4.177	7.129
3	0	1	39	10.230	10.180
3	1	0	43	10.290	20.210
3	1	1	75	20.370	20.280
3	2	0	93	20.520	30.390
3	2	1	150	30.660	50.510
3	2	2	210	50.820	80.640
3	3	0	240	<100.1900	100.1400
3	3	1	460	100.3200	200.2400
3	3	2	1100	200.6400	300.4800

Tomado de: CASTELLANOS R, Jose.

4.11. CONDUCTIVIDAD

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La conductividad (o conductancia específica) de una solución de electrolito es una medida de su capacidad para conducir la electricidad.

... El agua desionizada de alta calidad tiene una conductividad de 5,5 $\mu\text{S}/\text{m}$, el agua potable típica en el rango de 5-50 mS/m . La conductividad es la medida de la capacidad del agua para conducir una corriente eléctrica. Al determinar la concentración de iones disueltos en el agua (electrolitos) se puede así, determinar la cantidad de sólidos totales disueltos (TDS, por sus siglas en inglés) en el agua. La conductividad eléctrica del agua proporciona una evaluación de la concentración total de iones disueltos en el agua, y es una propiedad importante del agua que se toma frecuentemente como un indicador del grado de mineralización (concentración iónica total) del agua.

TOMA DE MUESTRAS: La conductividad eléctrica de una solución de un electrolito se mide determinando la resistencia de la solución entre dos electrodos planos o cilíndricos separados por una distancia fija. Se utiliza una tensión alterna para evitar la electrólisis. La resistencia se mide con un conductímetro.

4.12. ANTIMONIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El antimonio es un elemento metaloide del grupo P con una diversidad de usos: se usa en agentes retardantes de fuego, aleaciones y pigmentos. De forma más novedosa, se usa también para el proceso de fabricación de pantallas de vidrio. El riesgo mayor de exposición al antimonio es ocupacional. El uso más concerniente del antimonio en materia de agua es como catalizador en la elaboración del polímero polietilentereftalato o PET. Ya que puede permanecer como un residuo de la fabricación y eventualmente transferirse al agua, su presencia en el agua purificada está regulada.

4.13. ARSENICO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El arsénico es un elemento natural que se encuentra en la tierra y entre los minerales. Los componentes del arsénico se usan para preservar la madera, como plaguicidas y en ciertas industrias. El arsénico forma parte del aire, el agua y la tierra a través del polvo que se lleva el viento. Es un metal que se encuentra disuelto en el agua, pero no se ve, no se huele ni tiene sabor. El agua que consumimos puede ser transparente, pero sin embargo encontrarse contaminada. La única forma certera de detectarlo es mediante un análisis de agua.

TOMA DE MUESTRAS: RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

4.13.1. Todas las muestras deben recolectarse usando un plan de muestreo avalado por las autoridades competentes o de acuerdo con estándares internacionales.

4.13.2. Todas las muestras deben analizarse tan pronto como sea posible.

4.13.3. Los recipientes a usar para la recolección de las muestras deben ser de plástico o de vidrio únicamente, y se recomienda un volumen mínimo de 50 mL.

4.14. BARIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El bario se encuentra presente en el sulfato de bario (Barita) que es uno de los principales componentes del fluido de perforación de pozos de petróleo. Este fluido, después de ser utilizado para la perforación de pozos de petróleo es procesado produciendo desechos sólidos y agua que deben ser tratados para su reincorporación al ambiente. El agua a tratar contiene bario cuyo límite permisible dictado.

4.14.1. en el Reglamento sustitutivo al Reglamento Ambiental para las Operaciones Hidrocarburíferas en el Ecuador "RAOHE 1215" es de 5 mg/L para descargas ambientales. Como

parte del proceso de tratamiento de agua se tiene la verificación de sus parámetros previa a su descarga por lo que en campo se cuenta con laboratorios móviles que poseen el instrumental básico para realizar los análisis pertinentes. Para la determinación de bario se emplea el método turbidimétrico basado en la precipitación del bario presente en agua como sulfato de bario.

TOMA DE MUESTRAS:

4.14.2. El análisis se lo realiza siguiendo el método 8014 de HACH con la ayuda de un espectro fotómetro HACH DR- 2800. Estos métodos son empleados por su facilidad de manejo y movilización que son requerimientos fundamentales para operaciones en campo. Se realizó la determinación de bario en muestras tomadas durante la perforación de dos pozos realizados en el país, pozo Shusufindi RW3 y Cuyabeno 28D mismos que presentan un máximo de concentración de bario de 4mg/L. Durante la determinación del ión se ha encontrado que para el método anteriormente mencionado se tiene problemas al analizar soluciones de baja concentración por lo que se implementa una metodología que se adapte a los requerimientos de las operaciones de perforación de pozo de petróleo en campo. Adicionalmente, se realizó una verificación estadística del método actual y del método implementado para determinar su exactitud y precisión. Los resultados obtenidos demuestran que en concentraciones entre 0 y 5 mg/L la precisión y la exactitud disminuyen ya que se tienen porcentajes de error superiores al 10% y coeficientes de variación superiores al 30%. Por este motivo se analizaron soluciones estándares con concentraciones mayores entre 10 y 40 mg/L encontrando que la precisión y exactitud aumentan notablemente al tener como máximo porcentaje de error de 8% y un coeficiente de variación del 8,9%. Con esto, es válido el método implementado donde se realiza la fortificación de muestras previo al análisis de bario por el método HACH 8014 con 30 mg/L de bario. Finalmente, con el método optimizado, se realizó la determinación de bario en las muestras de agua de cada uno de los pozos mencionados, mismos que presentan un máximo de concentración de 4 mg/L.

4.15. CADMIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

4.15.1. ALCANCE Y APLICACIÓN: El cadmio es un elemento químico de número atómico 48 situado en el grupo 12 de la tabla periódica de los elementos. Su símbolo es Cd. Es un metal pesado, blanco, azulado, relativamente poco abundante. Es uno de los metales más tóxicos. El cadmio puro es un metal blando de color plateado. El cloruro de cadmio y el sulfato de cadmio son solubles en agua. La mayor parte del cadmio en los Estados Unidos se extrae como producto secundario durante la producción de otros metales tales como el cinc, plomo o cobre. El Cadmio puede ser transportado a grandes distancias cuando es absorbido por el lodo. Este lodo rico en Cadmio puede contaminar las aguas superficiales y los suelos. El Cadmio es fuertemente adsorbido por la materia orgánica del suelo.

4.16. CIANURO LIBRE Y DISOCIABLE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Es el término utilizado para describir tanto al ión de cianuro (CN)⁻ que se disuelve en el agua del proceso como cualquier cianuro de hidrógeno (HCN) que se forma en la solución.

4.17. COBRE

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La presencia de excesos de cobre en agua potable puede ocasionar problemas de sabor y color y producir manchas en los artefactos sanitarios y la ropa durante el lavado, además de afectar la salud de las personas por trastornos gastrointestinales, como náuseas, seguidas de vómitos y diarrea.

4.18. CROMO TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Ampliamente distribuido en la corteza terrestre, el cromo es bien conocido por su uso en la industria metalmeccánica para aumentar la dureza y la resistencia a la corrosión. Se puede encontrar en el agua en varios estados de oxidación, siendo los más comunes el +3 y el +6.

4.19. MERCURIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El mercurio existe en varias formas: elemental e inorgánico u orgánico, las cuales difieren en su toxicidad y efectos en el sistema nervioso e inmunitario, aparato digestivo, la piel y los pulmones, riñones y ojos. El metilmercurio (forma orgánica) se bioacumula por ejemplo en peces y mariscos, que luego son consumidos por el ser humano. El método espectrométrico de absorción atómica de vapor frío es aplicable para la determinación de mercurio.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica, un rayo de luz se dirige hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en el matraz. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

4.19.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

4.19.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

4.19.3. No emplee cristalería expuesta a altos niveles de mercurio, como la empleada en análisis de DQO o Nitrógeno Total Kjendahl.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

4.19.4. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio lavado con solución 1 a 1 de HNO₃.

4.19.5. Recolectar una muestra de 1000ml

4.19.6. Acidificar a pH < 2 con HNO₃ y refrigerar la muestra a 2-5°C.

4.19.7. Tiempo máximo de preservación de 28 días.

4.20. NIQUEL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El níquel es un metal plateado-blanco, duro pero flexible que ocurre naturalmente y es encontrado en casi todo tipo de tierras. En el ambiente, se encuentra comúnmente combinado con oxígeno y azufre. En su pura forma, el metal puede tomar un lustre brillante y es resistente a deslustrarse.

4.21. PLOMO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El plomo que se encuentra en el agua del grifo por lo general se produce por el deterioro de accesorios viejos o de la soldadura (unión soldada) que conecta a los tubos. Cuando el agua se aposa en tuberías con plomo por varias horas.

4.22. SELENIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El selenio es un metaloide que se encuentra comúnmente en la naturaleza junto a compuestos de azufre. Aunque el selenio es esencial en los animales a nivel de trazas, es tóxico a mayores concentraciones. Aunque se sabe que el selenio tiene efectos tóxicos en animales, no se ha demostrado su toxicidad en humanos. La OMS maneja una concentración de precaución de 0,010 mg / L. determinación de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas – Método de prueba.

4.23. TRIHALOMETANOS TOTALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los trihalometanos (THM) son unos subproductos de la desinfección que se forman cuando se emplea el cloro como desinfectante. Los THM que se encuentran en el agua de consumo humano son el cloroformo, el bromodiclorometano (BDCM), el dibromoclorometano (DBCM) y el bromoformo.

4.24. HIDROCARBUROS AROMATICOS POLICICLICOS HAP

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Son compuestos formados por carbono e hidrógeno que se obtienen a partir del petróleo o del gas natural. Los hidrocarburos alifáticos son compuestos frecuentemente utilizados como disolventes de Aceites, Grasas, Caucho y Resinas. Los principales compuestos aromáticos que se obtienen del petróleo son el benceno, tolueno y xilenos, y en menor medida, naftaleno y antraceno. Nomenclatura química. Son hidrocarburos derivados del benceno. El benceno se caracteriza por una inusual estabilidad, que le viene dada por la particular disposición de los dobles en la conjugación por ello, al benceno y compuestos similares o derivados se les conoce con un nombre especial: aromáticos.

4.25. CARBONO ORGÁNICO TOTAL (COT)

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El carbono orgánico se mide usando un analizador de TOC. Este equipo convierte el carbono orgánico de una muestra en dióxido de carbono (CO₂) por combustión catalítica. El CO₂ formado es medido directamente por un detector infrarrojo no dispersivo. Este reporta de manera proporcional la concentración CO₂ a la

concentración de carbono presente en la muestra Los analizadores de TOC son capaces de medir todas las formas de carbono en una muestra.

Pero esto depende de las propiedades del carbono presentes en la matriz. Para esto se utilizan una serie de pretratamientos que se realizan sobre las muestras según sea el caso. Las formas de carbono que se pueden medir con el equipo son:

- Carbono Total (TC) • Carbono orgánico. (OC)
- Carbono Inorgánico (IC) • Carbono purgable (POC)
- Carbono orgánico no purgable (NPOC) El COT es igual a NPOC - POC. El POC o Carbono purgable tiende a cero y es eliminado con la acidificación de la muestra y su posterior burbujeo.

De esta manera concluimos que $TOC = NPOC$. 8.2. Toma y preservación de muestras El muestreo y almacenamiento de muestras en botellas de vidrio ámbar. Para conservar la muestra para este análisis, refrigerar a $6^{\circ}C$ y acidificar a un $pH \leq 2$ con HCL, llene las botellas de muestra hasta el rebose con un mínimo de turbulencia y los tapa sin dejar espacio de cabeza. La muestra debe analizarse dentro de 28 días después de la recolección.

Cálculos y resultados La concentración de TOC como NPOC es determinada por un equipo que reporta el resultado directamente. Si se tiene que hacer dilución se debe tener en cuenta para el reporte final. Escribir el resultado con dos cifras significativas, redondeando de acuerdo con los criterios establecidos en el procedimiento de lineamientos de control de calidad analítica.

4.26. NITRITOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

Los nitritos se forman en la biodegradación de nitratos, nitrógeno amoniacal y otros compuestos orgánicos nitrogenados y se utiliza como indicador de contaminación fecal en aguas naturales. No se consideran tóxicos en pequeñas concentraciones, pero en grandes cantidades su consumo tiene efecto diurético. El método colorimétrico (espectrofotometría) de determinación de nitratos es aplicable a aguas residuales, efluentes y aguas contaminadas en un rango de concentraciones entre 0.006 y 0.20 mg N-NO₂/L.

RESUMEN: El nitrito (NO_2^-) se determina a través de la formación de un colorante azorjizo producido a un pH de 2,0 a 2,5 por acoplamiento de sulfanilamida diazotada con dihidrocloruro de N(1-naftil)-etilendiamina (diclorhidrato de NED). El aplicable del método para las mediciones espectrofotométricas es de 10 a 1.000 μg de NO_2^-N / L (0,010 a 1mg/L). Las mediciones fotométricas se pueden realizar en el rango de 5 a 50 μg N/L (0.005 a 0,050mg/L), si se utiliza un trayecto de luz de 5 cm y un filtro de color verde. El sistema de color obedece la ley de Beer hasta 180 μg N / L (0,180 mg/L) con un trayecto de luz de 1 cm a 543 nm. Concentraciones más altas de NO_2^- se pueden determinar diluyendo una muestra.

El nitrógeno de nitritos raras veces aparece en concentraciones mayores de 1 mg/L, aun en fuentes de plantas de tratamiento de aguas residuales. En aguas superficiales y subterráneas su concentración por lo general es menor de 0.1 mg/L. Su presencia indica, por lo regular, procesos activos biológicos en el agua, ya que es fácil y rápidamente convertido en nitrato.

INTERFERENCIAS: La incompatibilidad química hace improbable que el NO_2^- , el cloro libre y el tricloruro de nitrógeno ($NOCl_3$) coexistirán. $NOCl_3$ imparte un color rojo falso cuando se añade reactivo de color. Los iones siguientes interfieren debido a la precipitación en condiciones de prueba y deben estar ausentes: Sb^{+3} , Au^{+3} ,

Bi^{+3} , Fe^{+3} , Pb^{+2} , Hg^{+2} , Ag^{+} , cloroplatinato (PtCl_2) y meta vanadato (VO_2). El ion cúprico puede causar bajos resultados catalizando la descomposición de la sal de diazonio. Los iones de color que alteran el sistema de color también deben estar ausentes. Eliminar los sólidos en suspensión por filtración.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- No utilice preservación ácida para las muestras que se analizarán para NO_2^- .
- Colecte la muestra en envase de vidrio ámbar o plástico y no le adicione ningún preservante.
- Tamaño mínimo de muestra para determinar NO_2^- es de 100 mL. Se puede tomar de la muestra recibida para Fósforo Soluble siempre y cuando el volumen sea suficiente para los dos analitos.
- La determinación debe hacerse lo más pronto posible una vez recogida la muestra para prevenir la posible conversión bacteriana de NO_2^- a NO_3^- o NH_4^+ . Para conservación a corto plazo durante 1 a 2 días, guardar congelar a -20°C o almacenar a 4°C .
- Filtrar únicamente en el momento de realizar el análisis

4.27. NITRATOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La técnica de monitoreo espectrofotométrico ultravioleta (UV) se emplea para medir la absorbancia del nitrato (NO_3^-) a 220 nm y es adecuada para la determinación rápida de NO_3^- y el monitoreo de aguas con bajo contenido de materia orgánica, como aguas naturales sin contaminar y fuentes de agua potable.

RESUMEN: La materia orgánica disuelta también puede absorber a 220 nm y el NO_3^- no absorbe a 275 nm, por lo tanto, se usa una segunda medición a 275 nm para corregir el valor de NO_3^- . La aplicación de esta corrección empírica está relacionada con la naturaleza y concentración de materia orgánica y puede variar de una muestra a otra.

La filtración de muestra tiene la intención de remover la posible interferencia de partículas suspendidas. La acidificación con HCl 1N está designada para prevenir la interferencia de concentraciones de hidróxido o carbonato hasta de 1000 mg CaCO_3/L . El cloruro no tiene efecto en la determinación.

INTERFERENCIAS

4. La materia orgánica disuelta, los agentes tensoactivos, el NO_2^- , y el Cr^{6+} interfieren.
5. Varios iones inorgánicos que normalmente no se encuentran en aguas naturales, tales como clorito y clorato, pueden interferir. Se pueden preparar curvas de corrección individuales para compensar la interferencia de las sustancias inorgánicas, por medio de análisis independientes de sus concentraciones.
6. El método espectrofotométrico requiere una muestra ópticamente limpia, por lo cual las muestras turbias se deben filtrar a través de un filtro de membrana de $0,45\ \mu\text{m}$ de diámetro de poro.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- Se debe realizar la recolección de la muestra en envase plástico de 500 ml, previamente lavado con ácido sulfúrico (H_2SO_4).

- Si es necesario el almacenamiento, guardar hasta por 24 h a 4°C; para almacenamientos más prolongados, preservar con 2 ml de H₂SO₄ concentrado por litro y almacenar a 4°C.

2 NOTA: Al preservar la muestra con ácido, no es posible determinar NO⁻ y NO⁻ como especies individuales.

4.28. FLUORUROS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los *fluoruros* son compuestos químicos que contienen flúor, un elemento halógeno que se encuentra naturalmente en los suelos y aguas

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

4.28.1. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio.

4.28.2. Refrigerar la muestra a <6 °C.

4.29. CALCIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El calcio es un elemento químico, de símbolo Ca y de número atómico 40. Según el Reglamento de Calidad de Agua Potable N° 32327 de la Presidencia de la República y el Ministerio de Salud, la concentración de calcio se encuentra en el segundo nivel de control de calidad y se le establece un valor recomendado de 100 ppm.

4.30. ALCALINIDAD TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La alcalinidad total es otro parámetro importante de controlar, ya que ayuda a verificar si el agua presenta la concentración adecuada de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos que hacen que no disminuya el pH en presencia de ácidos. La alcalinidad total se define como la cantidad de ácido necesario para llevar una muestra a un pH de 4,5 (el segundo punto de equivalencia de valoración del ion carbonato). Grosso modo, la alcalinidad total equivale al contenido total del agua de iones hidroxilo, carbonato y bicarbonato.

4.31. CLORUROS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: es recomendable para agua con concentraciones entre 1,5 y 100 mg/l de cloruros. Este método es aplicable para la determinación de cloruros en aguas potables o superficiales, siempre que no tengan excesivo color o turbidez. Se basa en el método de Mohr. Sobre una muestra ligeramente alcalina, con pH entre 7 y 10, se añade disolución de AgNO₃ valorante, y disolución indicadora K₂CrO₄.

RESUMEN: El método de Mohr o argentométrico (volumétrico): la presencia de cloruros se valora empleando una solución de nitrato de plata 0.0141 N (titulante); en la titulación el ion cloruro se precipita como cloruro de



plata El indicador que puede demostrar un exceso de Ag⁺ es el cromato de potasio. Cuando la concentración del cloruro se reduce, la concentración del ion plata aumenta a un nivel en el cual se excede el producto de solubilidad del cromato de plata que se manifiesta como un precipitado marrón rojizo.



Esto se toma como evidencia de que todo el cloruro se ha precipitado. INTERFERENCIAS: No interfieren las sustancias en las cantidades encontradas normalmente en el agua potable. No obstante:

El bromuro, yoduro y cianuro se registran como las concentraciones equivalentes de cloruro.

Los iones sulfuro, tiosulfato, y sulfito interfieren, pero se pueden eliminar con un tratamiento de peróxido de hidrógeno.

El ortofosfato en concentración mayor de 25 mg/L, interfiere por precipitar como fosfato de plata.

El hierro por encima de 10 mg/L interfiere por enmascarar el punto final. Interfieren también, el color y la turbidez. El color puede eliminarse, tratando la muestra con un alumbre de Aluminio. EQUIPOS Y MATERIALES:

- 1 probeta de 100 mL Beakers
- Cápsula Pipetas Pipeteadores
- Agitador de vidrio Potenciómetro
- 100 mL de muestra REACTIVOS
- mL de $\text{Al}(\text{OH})_3$
- 1 mL de H_2O_2 al 30%
- Ácido sulfúrico o NaOH para ajuste de pH entre 7 y 10. 1 mL de cromato de potasio K_2CrO_4 .
- AgNO_3 0,0141 N

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: La toma de muestra se debe realizar en un recipiente limpio de vidrio o plástico químicamente resistente. Para las muestras de agua potable, en condiciones normales, no es necesario realizar ningún tratamiento previo.

PROCEDIMIENTO

Medir Vol M: 100 ml de muestra.

Si la muestra presenta color excesivo adicionar 3 ml de suspensión 1 de $\text{Al}(\text{OH})_3$, filtre, lave y combine el filtrado con el agua de lavado.

Si se presentan sulfitos, sulfuro o tiosulfato adicionar 1 ml de H_2O_2 al 30%.

Medir el pH a la muestra, si se encuentra entre [7 y 10] continuar con el procedimiento, de lo contrario ajuste el pH con ácido sulfúrico o NaOH, según se requiera. Esto se realiza con el fin de evitar que se precipite el ión Ag^+ como AgOH a niveles altos de pH y el CrO_4^{2-} se convierta en $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ a niveles bajos de pH.

Agregar 1 ml de cromato de potasio K_2CrO_4 , la muestra tomará un color amarillo claro. Agitar hasta homogeneizar.

Efectuar la valoración, agregando gota a gota AgNO_3 0.0141N hasta cambio de color a amarillo rojizo.

Repetir el procedimiento anterior para el blanco de reactivos (agua destilada). Puede emplearse alrededor de 0.2 – 0.3 ml de titulante.

Cálculos:

$$\text{Cl-(mg/l)} = \frac{(\text{Va}-\text{Vb}) \cdot \text{N AgNO}_3 \cdot 35450}{\text{Vol M(ml)}}$$

Donde:

Va= volumen de titulante requerido para valorar la muestra problema(ml) Vb= volumen de titulante requerido para valorar el blanco de reactivos (ml) CONTROL DE CALIDAD

Si la muestra presenta color excesivo adicionar 3 ml de suspensión¹ de Al(OH)₃, filtre, lave y combine el filtrado con el agua de lavado.

Realizar el procedimiento para el blanco de reactivos (agua destilada).

4.32. ALUMINIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La concentración de aluminio en el agua puede variar considerablemente: las concentraciones en aguas con valores de pH casineutros suelen oscilar entre 0,001 y 0,05 mg/L, pero aumentan a 0,5-1 mg/L en aguas más ácidas o en aguas ricas en materia orgánica. El aluminio es el metal más abundante en la corteza terrestre y el tercer elemento más común. Forma parte de muchos suelos y minerales. Es bastante reactivo y no se encuentra libre en la naturaleza, aunque una vez purificado y refinado forma una capa de óxido protectora que lo protege del deterioro. En el agua potable o residual, el aluminio se agrega en forma de alumbre o sulfato de aluminio, Al₂(SO₄)₃ · x H₂O, una sal soluble que para precipita impurezas junto con el hidróxido de aluminio que se forma. Debe controlarse el pH y la adición de alumbre en este proceso para que el aluminio precipite bien y no se vaya disuelto con el efluente producido.

4.33. TENSOACTIVOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Los tensoactivos o surfactantes se encuentran presentes en diferentes dosificaciones incorporados en detergentes, champús, lubricantes, dulces, cremas, pinturas. Los tensoactivos aniónicos se encuentran entre las muchas sustancias naturales y sintéticas activas al azul de metileno. El método es relativamente simple y preciso, comprende tres extracciones sucesivas desde un medio acuoso ácido con exceso de azul de metileno a una fase orgánica de cloroformo, seguida de la lectura del color azul de dicha fase orgánica mediante espectrofotometría a 652 nm.

El método es aplicable para la determinación de tensoactivos aniónicos en aguas superficiales y en aguas residuales, pero debe tenerse en cuenta la posible presencia de otro tipo de sustancias activas al azul de metileno.

Mediante este método es posible la determinación de concentraciones de SAAM a partir de 0.50 mg/L en las condiciones de trabajo del laboratorio.

RESUMEN:

INTERFERENCIAS: Las interferencias positivas resultan por la presencia de otras especies activas al azul de metileno. Los sulfonatos orgánicos, sulfatos, carboxilatos, fenoles, los tiocianatos inorgánicos, cianatos, nitratos y cloruros pueden en mayor o menor grado transferir el azul de metileno a la fase clorofórmica.

Las interferencias negativas son causadas por la presencia de tensoactivos catiónicos y otros cationes como las aminas puesto que estas compiten con el azul de metileno en la formación de pares iónicos. El material particulado puede dar interferencia negativa por la absorción de sustancias activas al azul de metileno.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- Tome muestras representativas en recipientes de 1000 ml de vidrio
- La muestra no debe contener espuma, en caso contrario se debe mezclar muy bien la muestra agitando suavemente después del muestreo.
- Preservar la muestra enfriando entre 2-5°C.
- Tiempo máximo de preservación 48 horas.

4.34. DBO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La demanda bioquímica de oxígeno (DBO) tiene un periodo de prueba de 5, 7 o 10 días, dicho análisis mide la cantidad de oxígeno consumido por las bacterias al oxidar la materia orgánica en una muestra de agua. De esta manera la presente prueba se utiliza para medir las cargas de los residuos en las plantas de tratamiento de aguas y determinar la eficiencia del mismo.

RESÚMEN DEL MÉTODO

- 4.34.1. Prepare el blanco siguiendo el procedimiento correspondiente.
- 4.34.2. Realice la preparación de cada una de las muestras a analizar.
- 4.34.3. Colocar las muestras en el equipo, definir la duración de la prueba e iniciar la prueba siguiendo los pasos adecuados para cada uno de los canales (muestras).

INTERFERENCIAS

- 4.34.4. Se debe mantener la temperatura de incubación de la muestra.
- 4.34.5. Materiales tóxicos en las muestras analizadas pueden causar valores bajos de la DBO.
- 4.34.6. Cualquier rastro de cloro debe ser eliminado de la muestra antes de ser analizada, manteniéndola a temperatura de laboratorio entre 1 o 2 horas antes de la prueba para disipar las concentraciones bajas de cloro.
- 4.34.7. Bajos resultados de DBO pueden darse cuando el pH de la muestra no se encuentra entre 6 y 8 unidades (utilice ácido sulfúrico 1N para neutralizar muestras caústicas o hidróxido de sodio 1N para neutralizar muestras ácidas).

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 4.34.7.1. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio.
- 4.34.7.2. Refrigerar la muestra a <6 °C.
- 4.34.7.3. Procurar que la muestra sea almacenada máximo por 48 horas.

4.35. DQO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La Demanda Química de Oxígeno o DQO es un parámetro que mide la

cantidad de sustancias susceptibles de oxidación por medios químicos disueltos o en suspensión en una muestra líquida, es decir indica el grado de contaminación en mgO_2/L . Es un método ampliamente usado como una medida de los contaminantes en aguas residuales y naturales, en el cual la cantidad de oxígeno consumido por la oxidación de un oxidante específico ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) es expresado en término de oxígeno equivalente o requerido para su transformación y oxidación a gas carbónico y agua. Este parámetro mide la cantidad de materia orgánica y materia susceptible de oxidación química (materia biodegradable y no biodegradable).

RESÚMEN DEL MÉTODO

4.35.1. Estandarizar la solución FAS diariamente con la solución de dicromato de potasio.

4.35.2. Realizar el tratamiento o digestión de la muestra siguiendo el procedimiento respectivo. INTERFERENCIAS

4.35.3. La más común es el ion cloruro, el cual reacciona con el ion plata y precipita cloruro de plata y así inhibe la acción catalítica de la plata.

4.35.4. Bromo, yodo y otros iones que inactiven el ion plata pueden interferir de forma similar.

4.35.5. A pesar de un procedimiento riguroso para el análisis de la DQO el cloruro, yodo y bromo pueden reaccionar con el dicromato de potasio formas elementales de halógenos y el ion cromo. Interferencias de halógenos pueden ser removidos por precipitación con el ion plata y filtrar antes de realizar la digestión.

4.35.6. El amoníaco y sus derivados en el agua o generado por contenido de nitrógeno orgánico no son oxidados, el cloro elemental reacciona con estos componentes, por lo que las interferencias por cloruros son difíciles.

4.35.7. Los nitratos (NO_3^-) ejercen DQO de $1.1 \text{ mg O}_2/\text{mg NO}_3^-$ ya que las concentraciones de este compuesto en aguas rara vez exceden $1 \text{ a } 2 \text{ mg NO}_3^-/\text{L}$, de esta manera las interferencias por nitratos son consideradas insignificantes y generalmente ignoradas.

4.35.8. La plata, cromo hexavalente y sales de mercurio usadas en la determinación de la DQO crean desechos peligrosos, el mayor problema es por el uso de mercurio.

MANIPULACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Las muestras deben ser recolectadas en envases de plástico, vidrio o fluoropolímeros. Se debe tener un volumen de muestra mínimo de 100 mL la cual debe ser analizada lo más pronto posible.

En caso de demora en el análisis de la muestra se deberá adicionar a la misma H_2SO_4 a pH menor a 2 y refrigerar a menos de 6°C . Es recomendable que la muestra se almacene máximo 7 días.

4.36. Oxígeno Disuelto OD

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

En el Laboratorio del IDEAM se aplica este método para analizar muestras de agua superficial, residual doméstica e industrial, en un rango de medida de $0.0 \text{ a } 19.99 \text{ mg/L}$ aplicando el método recomendado en el Standard Methods 19ed. 1995. 1.4 La muestra obtenida se trata con sulfato manganoso (MnSO_4), hidróxido de sodio (NaOH) y yoduro de potasio (KI), estos dos últimos reactivos combinados en una solución única, y finalmente se acidifica con ácido sulfúrico (H_2SO_4).

Inicialmente se obtiene un precipitado de hidróxido manganoso, $\text{Mn}(\text{OH})_2$, el cual se combina con el OD presente en la muestra para formar un precipitado carnalito de hidróxido mangánico, $\text{MnO}(\text{OH})_2$; con la acidificación, el hidróxido mangánico forma el sulfato mangánico que actúa como agente oxidante para liberar yodo del yoduro de potasio. El yodo libre es el equivalente estequiométrico del OD en la muestra y se valora con una solución estándar de tiosulfato de sodio 0.025N . Para minimizar el efecto de los

materiales interferentes existen algunas modificaciones del método yodométrico.

La modificación de la azida elimina la interferencia causada por los nitritos (esta es la más común en efluentes tratados biológicamente y en muestras incubadas para la prueba de la DBO); se emplea en el análisis del OD en la mayoría de aguas residuales, efluentes y aguas superficiales, especialmente si las muestras tienen concentraciones mayores de $50\mu\text{g NO}_2^- - \text{N/L}$ y no más de 1 mg de hierro ferroso/L. Los compuestos oxidantes y reductores interfieren en la determinación.

RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

La validación se encuentra en proceso, se ha realizado la etapa de prevalidación. Límite de Detección del Método: no aplica. La lectura en este método es de 0.0 mg O_2/L Rango de lectura: 0.0 a 19.9 mg O_2/L

TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

- Realice el muestreo de acuerdo a lo establecido en el Procedimiento de Muestras TP0079 Toma y preservación de muestras. Las muestras deben ser analizadas inmediatamente se toman.
- Si el muestreo es integral, tan pronto se ha integrado la muestra sumerja la botella winkler de 300 mL de capacidad y llene la botella hasta rebosar aproximadamente 10 segundos sin permitir la entrada de aire atmosférico, no agite, tape inmediatamente para evitar la formación de burbujas, analice inmediatamente.
- Si el muestreo es puntual o sencillo, emplee un muestreador tipo Kemmerer. Deje salir la muestra del fondo del muestreador a través de un tubo que llega hasta el fondo de la botella para winkler de 300 mL de capacidad. Llene la botella y déjela rebosar aproximadamente 10 segundos; prevenir la turbulencia y la entrada de aire atmosférico durante el llenado, no agite, tape inmediatamente para evitar la formación de burbujas, analice inmediatamente.

4.37. DUREZA TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Según la clasificación de la Organización Mundial de la Salud (OMS), se define como agua blanda la que presenta concentraciones inferiores a 60 mg/L de carbonato de calcio (CaCO_3), medianamente dura entre 61 y 120 mg/L, dura entre 121 y 180 mg/L y muy dura aquella con valores superiores a 180 mg/L. La dureza, por lo general, se expresa como el número equivalente de miligramos de carbonato de calcio (CaCO_3) por litro. Es decir, si la concentración total de Ca^{2+} y Mg^{2+} es 1 mM, se dice que la dureza es 100 mg L^{-1} de CaCO_3 (=1 mM de CaCO_3).

4.38. HIERRO TOTAL

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Hierro es un elemento químico metálico de color blanco, y es el cuarto elemento más abundante en la corteza terrestre. Hierro disuelto que alcanza aguas superficiales reacciona con oxígeno para formar herrumbre y precipita en el fondo del flujo de agua.

La cosa que más notarás en el agua con alto contenido de hierro es que el agua puede tener un sabor metálico. El agua podría decolorarse y parecer de color marrón, y puede incluso contener sedimentos.

El hierro dejará manchas de color rojo o naranja en el lavabo, WC y bañera o ducha.

4.39. MAGNESIO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El magnesio es un elemento abundante en la naturaleza: existe en vetas de carbonato y está presente en aguas naturales por su alta solubilidad en agua. Es uno de los iones más abundantes del agua de mar. El magnesio es un elemento abundante en la naturaleza: existe en vetas de carbonato y está presente en aguas naturales por su alta solubilidad en agua. Es uno de los iones más abundantes del agua de mar. El magnesio es un metal ligero, por lo que con él se forma aleaciones estructurales de peso liviano. Es vital para los seres vivos ya que los iones intervienen en la manipulación de proteínas, ácidos nucleicos y azúcares. La clorofila tiene un átomo de magnesio, por lo que este elemento tiene importancia extra en las plantas y comúnmente se agrega a fertilizantes.

El rango normal del nivel de magnesio en la sangre es de 1.7 a 2.2 mg/dL (de 0.85 a 1.10 mmol/L). Los rangos de los valores normales pueden variar ligeramente entre diferentes laboratorios.

4.40. MANGANESO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El manganeso se encuentra en la Tabla Periódica en el Grupo VII, Período 4, tiene la configuración electrónica: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2$. Se encuentran compuestos con estados de oxidación desde +1 hasta +7, siendo los estados más comunes:

+2, +4 y +7. El manganeso es un metal más suave que el hierro. Se añade una fracción al acero para impartirle dureza y usarlo en piezas de alta resistencia como rieles de tren, placas de blindaje o piezas de molinero.

El manganeso es un elemento traza esencial para el funcionamiento de varias enzimas; sin embargo, es tóxico para el sistema nervioso a dosis altas, especialmente por inhalación. Esto es importante en algunos ambientes como la soldadura, que pueden liberar vapores de manganeso.

En el agua, el manganeso está presente como dióxido de manganeso. A concentraciones altas forma depósitos negros que manchan el baño y la ropa. El límite de la norma mexicana para el agua potable es de 0,15 mg / L para prevenir estas consecuencias (el manganeso sólo es tóxico a concentraciones varias veces mayores).

4.41. MOLIBDENO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El molibdeno es un mineral esencial en para la vida. No solo se utiliza para proveer la mejor calidad de agua potable en todo el mundo, sino que también es parte del cuerpo humano y de gran cantidad de alimentos. Es un metal plateado; tiene el sexto punto de fusión más alto entre los elementos. El molibdeno no se encuentra como metal libre en la naturaleza, sino en varios estados de oxidación en los minerales. Industrialmente, los compuestos de molibdeno se emplean en aplicaciones de alta presión y temperatura, como pigmentos y catalizadores.

La mayoría de los compuestos de molibdeno tienen baja solubilidad en agua, pero el ion de molibdato MoO_4^{2-} es soluble y se forma cuando los minerales que contienen molibdeno están en contacto con el oxígeno y el agua. Algunas teorías recientes sugieren que la liberación de oxígeno era importante en la

eliminación de molibdeno de un mineral en una forma soluble en los océanos primitivos, donde se utiliza como catalizador de los organismos unicelulares. Esta secuencia puede haber sido importante en la historia de la vida, porque las enzimas que contienen molibdeno se convirtieron en los catalizadores más importantes utilizados por algunas bacterias para descomponer en átomos las moléculas de nitrógeno. Esto, a su vez permitió al nitrógeno impulsar biológicamente la fertilización de los océanos, y por lo tanto el desarrollo de organismos más complejos.

Al menos 50 enzimas que contienen molibdeno son conocidas en bacterias y animales, aunque solo las enzimas de bacterias y cianobacterias están involucradas en la fijación de nitrógeno. Debido a las diversas funciones del resto de las enzimas, el molibdeno es un elemento necesario para la vida en organismos superiores, aunque no en todas las bacterias.

4.42. SULFATOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Sulfato (SO_4) se puede encontrar en casi todas las aguas naturales. Sulfato es uno de los principales componentes disueltos de lluvia. La alta concentración de sulfatos en el agua de bebida puede tener un efecto laxante cuando se combina con el calcio y el magnesio, los dos componentes más comunes de la dureza. Los sulfatos pueden tener su origen en que las aguas atraviesen terrenos ricos en yesos o a la contaminación con aguas residuales industriales.

El contenido de sulfatos no suele presentar problema de potabilidad a las aguas de consumo, pero, en ocasiones, contenidos superiores a 300 mg/l pueden ocasionar trastornos gastrointestinales en los niños. Se sabe que los sulfatos de sodio y magnesio pueden tener acción laxante, por lo que no es deseable un exceso de los mismos en las aguas de bebida.

La reglamentación técnico-sanitaria española establece como valor orientador de calidad 250 mg/l y como límite máximo tolerable 400 mg/l, concentración máxima admisible.

Los sulfatos pueden tener su origen en que las aguas atraviesen terrenos ricos en yesos o a la contaminación con aguas residuales industriales. El contenido de sulfatos no suele presentar problema de potabilidad a las aguas de consumo, pero, en ocasiones, contenidos superiores a 300 mg/l pueden ocasionar trastornos gastrointestinales en los niños. Se sabe que los sulfatos de sodio y magnesio pueden tener acción laxante, por lo que no es deseable un exceso de los mismos en las aguas de bebida. La reglamentación técnico-sanitaria española establece como valor orientador de calidad 250 mg/l y como límite máximo tolerable 400 mg/l, concentración máxima admisible. La determinación del contenido de sulfatos puede hacerse por diferentes métodos. Uno de ellos es el Test rápido de sulfatos.

El Método gravimétrico, mediante precipitación con cloruro de bario, es un método muy preciso y aplicable a concentraciones superiores a 10 mg/l. Los resultados previamente precipitados con cloruro bórico, en medio ácido, son secados a 110°C y calcinados a 600°C.

El ión sulfato SO_4^{2-} precipita, en un medio de ácido acético, con ión Ba^{2+} de modo que forma cristales de sulfato de bario BaSO_4 de tamaño uniforme, los que deben mantenerse en suspensión homogénea durante un periodo de tiempo que resulte suficiente para medirla absorbancia que la misma produzca. El contenido de SO_4^{2-} de cada muestra se obtiene a partir de la curva de calibrado previamente obtenida.

En esta técnica interfieren fundamentalmente el color y la turbidez. Esta puede eliminarse por filtración o centrifugación. La interferencia del color puede soslayarse utilizando la muestra coloreada como testigo, a la

que o se le agrega reactivo de la disolución precipitante de bario, o empleando como instrumento de medida un nefelómetro de doble posición de cubeta, con lo que elimina la influencia del color.

RESÚMEN DEL MÉTODO: El Método volumétrico consiste en la determinación de los iones sulfatos por volumetría en presencia de sulfato de bario y en medio alcohólico. Este método es aplicable para la determinación de sulfatos en concentración inferior a 100 mg/l. El contenido de sulfatos se determina por valoración con sal sódica del EDTA, del cloruro de bario que no se utilizó en la precipitación de los sulfatos. El Método nefelométrico, mediante turbidímetro nefelométrico, es menos preciso que el gravimétrico para concentraciones inferiores a 10 mg/l. Se recomienda, preferentemente, para la determinación de sulfatos en aguas con contenidos superiores a 60 mg/l y siempre que se disponga de turbidímetro. Este método no es recomendable para aguas con color, materias en suspensión o con elevado contenido en materias orgánicas.

4.43. ZINC

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El zinc o cinc es un elemento químico metálico, presente en la Tabla periódica en el grupo 12, parte de los metales de transición. Su número atómico es 30 y su símbolo Zn, proveniente de su nombre original en alemán: *Zink*, proveniente de *Zinken* (“dientes”, “picos”), en alusión al aspecto filoso de la mineral calamina, en el cual es abundante este. El zinc es un elemento común, de importancia biológica y de numerosas aplicaciones industriales, sobre todo como parte de aleaciones metálicas.

Es un metal muy reactivo con cuatro estados metaestables, e isótopos radiactivos con vida media menor a las 14 horas de duración (excepto un par). Se trata de un elemento metálico, semejante al magnesio y al cadmio, sumamente activo químicamente.

Es siempre divalente en sus compuestos, soluble en ácidos liberando átomos de hidrógeno y formando iones cationes (Zn^{+2}), o en soluciones fuertemente alcalinas para formar tetrahidroxozincatos ($Zn[OH]^{2-}$).

El cinc se disuelve en agua como $ZnOH^+$ (aq) o Zn^{2+} (aq). El $ZnCO_3$ aniónico tiene una solubilidad de 0.21 g/L. Como ejemplos de solubilidad de los derivados de cinc se proponen: cloruro de cinc ($ZnCl_2$) 4320 g/L, y óxido de cinc (ZnO) y vitriolo blanco u óxido de cinc heptahidratado ($ZnSO_4$).

4.44. FOSFATOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El método propuesto para determinar fosfatos se basa en la formación de un heteropolíacido con el reactivo vanado-molibdico (de color amarillo y soluble en agua) cuya absorción de luz se mide a 420 nm. Para el ortofosfato, la formación de este complejo tiene lugar según la reacción: $(PO_4)^{3-} + (VO_3)^{-} + 11(MoO_4)^{2-} + 22 H^+ \leftrightarrow P(VMo_{11}O_{40})^{3-} + 11 H_2O$ (1) En esta identificación interfieren concentraciones apreciables de Fe(III), silicato y arseniato, entre otras especies. Es decir, estas especies absorben luz a la longitud de onda utilizada (420 nm, absorción del $P(VMo_{11}O_{40})^{3-}$).

Para eliminar dicha interferencia se preparará un blanco (sin fosfato) cuya absorbancia se restará de la del resto de las muestras. Adicionalmente, es posible que la absorbancia del complejo se vea afectada por efectos de matriz. La matriz puede potenciar o atenuar la absorbancia de luz por el complejo, lo cual puede conducir a resultados erróneos. Para minimizar este efecto, aplicaremos el método de adiciones estándar, que consiste en la adición de cantidades crecientes del analito de interés (fosfato en nuestro caso) a una cantidad fija de muestra. Este procedimiento resulta más efectivo que un calibrado externo (recta de calibrado con disoluciones patrón) cuando la matriz interfiere en la detección.

En esta práctica estudiaremos la importancia de los efectos de matriz, determinando la concentración de fosfato mediante ambos métodos y comparando los resultados.

4.45. FOSFORO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El fósforo es un elemento esencial en el crecimiento de plantas y animales. Actualmente se considera como uno de los nutrientes que controlan el crecimiento de algas, el fósforo se encuentra en aguas naturales y residuales casi exclusivamente como fosfatos, los cuales se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro-, meta-, y otros polis fosfatos) y fosfatos orgánicos. El empleo de detergentes, los cuales contienen grandes cantidades de fósforo, ha aumentado el contenido de fosfato en las aguas residuales domésticas y ha contribuido al problema de incremento del mismo en las fuentes receptoras, se usan poli fosfatos como medio de control de corrosión. Las formas de importancia del fósforo en aguas son las siguientes:

- 4.45.1. Ortofosfatos (fósforo soluble)
- 4.45.2. Polifosfatos: pirofosfatos, tripolifosfatos y metafosfatos
- 4.45.3. Fosfatos orgánicos

El contenido de fósforo ácido hidrolizable de una muestra es definido operacionalmente como la diferencia entre el fósforo reactivo medido en una muestra no tratada y el fosfato que se encuentra después de una digestión suave. Generalmente, esta incluye fosfatos condensados tales como pyro-, tripoly-, y especies de muy alto peso molecular tales como hexametafosfato.

En resumen, algunas aguas naturales contienen compuestos orgánicos de fosfato que son hidrolizados a ortofosfato bajo las condiciones del ensayo. Las polifosfatos generalmente no responden al ensayo de fósforo reactivo, pero pueden ser hidrolizados a ortofosfato por digestión con ácido. El método de digestión utilizado es el del ácido sulfúrico - ácido nítrico, recomendado en el Standard Methods 20ed., para la mayoría de las muestras y además presenta recuperaciones adecuadas.

En el Laboratorio del IDEAM se analizan con éste método muestras de agua superficial y residual en un rango de lectura de concentraciones entre 0.05 y 1.0 mg P-PO₄/L, pero el rango de concentración de las muestras esta entre 0.05 y la máxima concentración que pueda ser diluida con precisión.

El análisis de fósforo envuelve dos pasos generales:

(a) conversión de la forma de fósforo total a ortofosfato disuelto, y (b) determinación colorimétrica del ortofosfato disuelto. El molibdato de amonio y el tartrato de antimonio y potasio reaccionan en medio ácido con el ortofosfato para formar un heteropoliácido -ácido fosfomolibdico- que es reducido por ácido ascórbico a un complejo azul de molibdeno intensamente coloreado; sólo las formas de ortofosfato forman dicho color azul en esta prueba.

LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

La presencia de turbidez y color en la muestra debe corregirse elaborando un blanco. Si la turbidez es muy alta y es necesario filtrar la muestra, ésta debe hacerse sólo después de la digestión. Las muestras con bajas concentraciones de fósforo no se deben almacenar en botellas plásticas a menos que se congelen, debido a que los fosfatos se pueden adsorber en las paredes plásticas.

RESULTADOS DE LA ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

La validación indicó que el método es exacto y preciso bajo los lineamientos de calidad del laboratorio. Con un límite de detección del método en 0.050 mg/L y un rango de trabajo hasta 1.0 mg/L. Además, el método permite una recuperación mayor del 95 % del analito en la matriz agua residual. El cuadro de parámetros de la estandarización resume los resultados

TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Cuadro 1. Resumen de la estandarización.

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LÍMITE DE DETECCIÓN	0.05	mg Ptotal/L	Corresponde al límite de cuantificación.
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE COEFICIENTE VARIACIÓN	6.8	—	A un nivel de 0.05 mg Ptotal/L
	1.5	—	A un nivel de 1.0 mg Ptotal/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2.9	%	A un nivel de 0.05 mg Ptotal/L
	-1.6	%	A un nivel de 1.0 mg Ptotal/L
	2.9	%	Muestra Certificada
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	0.05 - 1.0	mg Ptotal/L	Sin dilución de la muestra.
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0.05 - 100	mg Ptotal/L	Para una dilución de hasta cien veces.
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	99.7	%	Muestra adicionada baja-M2Ab
	97.7	%	Muestra adicionada alta -M2Aa

Colecte las muestras en envases de plástico ó vidrio y presérvelas con ácido sulfúrico concentrado hasta un pH < 2. Las muestras así preservadas tienen un tiempo máximo de espera para el análisis de 28 días.

4.46. BORO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

uno de los micronutrientes esenciales de las plantas. es de gran importancia en la agricultura por sus propiedades regulatorias del crecimiento. especialmente de las hojas'. Cuando el B se asocia con formulaciones orgánicas se obtiene un producto de alta disponibilidad de B para las plantas.

El fertilizante analizado es un líquido, cuya formulación contiene melaza, con mayor concentración de sacarosa, que permite coordinar al boro' evitando que precipite dentro de un rango de pH.

4.47. GIARDIA Y CRYPTOSPORIDIUM

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El procedimiento para toma de muestras y análisis de laboratorio debe cumplir con lo establecido en la guía para la vigilancia por laboratorio de Giardia y Cryptosporidium en muestras de agua, establecida por el Instituto Nacional de Salud.

Cryptosporidium: Es un parásito protozoario de la subclase Coccidia que se localiza a nivel intracelular en el intestino delgado de humanos y animales. La especie patógena exclusivamente de humanos es *Cryptosporidium hominis* (anteriormente *C. parvum* genotipo 1), la especie reportada tanto en humanos como en varios animales es *C. parvum* (genotipo 2) (Xiao, Fayer, Ryan, & Upton, 2004); sin embargo, hay otras especies propias de animales (mamíferos, reptiles, aves y peces) que pueden afectar a humanos (Xiao et al., 2004).

Giardia:

Es un parásito protozoario patógeno de humanos y animales causante de enfermedad gastrointestinal, se localiza en el intestino delgado, la vía de transmisión es fecal-oral por consumo de agua y alimentos contaminados con quistes. Se han descrito varios genotipos (Botero & Restrepo, 2012), de los cuales, los que se asocian a infección en humanos principalmente son el A1, A2 y el B; en el caso de los animales se han asociado los genotipos C, D y E (Kohli et al., 2008; Ravid, Duque, Arévalo, Nicholls, & Wasserman, 2007).

TOMA DE MUESTRAS: Para la toma y recolección de las muestras se debe garantizarla limpieza del área, no tener desechos o residuos a su alrededor. Para el análisis se requiere un volumen mínimo de 10 L, por lo tanto, se debe garantizar un transporte seguro en un recipiente con tapa rosca y con contratapa para evitar fugas y derrames. Previendo que durante el transporte se pierda contenido, se sugiere recolectar dos litros de más (es decir enviar un total de 12L)

4.48. VIRUS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

El número de virus, de manera similar a las bacterias, decrece aproximadamente un orden de magnitud entre aguas costeras ricas en nutrientes y el mar abierto pobre en nutrientes. También se reporta una disminución de entre cinco y diez veces en la zona eufótica a profundidades de 500 m y aún más para profundidades abismales. Como ocurre con las bacterias, los mares fríos son más ricos en poblaciones virales en comparación con las aguas templadas y cálidas. Además, el agua intersticial asociada con los sedimentos es más rica en virus que el agua subyacente (Furhman, 1999).

Sobre la abundancia de virus humanos en sistemas acuáticos, debido a su importancia epidemiológica, existen trabajos que se han centrado en el desarrollo de métodos de detección y cuantificación. A pesar de que el agua para uso y consumo humano se desinfecta en muchos países, los virus humanos, en especial los entéricos son más resistentes a dichos tratamientos que las bacterias coliformes, que son utilizados como indicadores de calidad de agua a nivel mundial. Vaughn y Novotny (1991) reportan que poliovirus resiste más de 100 veces al ácido hipocloroso que *Escherichia coli*. En otros trabajos se ha mostrado que el agua, tanto dulce como salobre, libre de coliformes, puede contener virus o protozoarios (Vantarakis & Papapetropoulou, 1998; Grabow et al., 1999; Payment et al., 2000) y que los virus entéricos persisten por semanas incluso meses (Nasser & Oman, 1999).

4.49. AMONIACO

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: El procedimiento de destilación y titulación se utiliza especialmente para concentraciones de NH₃-N superiores a 5 mg/L. Utilice ácido bórico como absorbente después de la destilación si se va a titular el destilado. El amoníaco en el destilado puede determinarse colorimétricamente por el método del fenato o titrimétricamente con H₂SO₄ estándar y un indicador mixto o un medidor de pH.

RESUMEN: La muestra se tampona a pH 9,5 con un tampón de borato para disminuir la hidrólisis de cianatos y compuestos nitrogenados orgánicos. Se destila en una solución de ácido bórico cuando se va a utilizar la titulación o en H₂SO₄ cuando se utiliza el método del fenato.

El amoníaco en el destilado puede determinarse colorimétricamente por el método del fenato o titrimétricamente con H₂SO₄ estándar y un indicador mixto o un medidor de pH. La elección entre los métodos colorimétrico y acidimétrico depende de la concentración de amoníaco.

INTERFERENCIAS: La glicina, la urea, el ácido glutámico, los cianatos y la acetamidase hidrolizan muy lentamente en solución en reposo, pero, de estos, solo la urea y los cianatos se hidrolizan en la destilación a un pH de 9,5. La hidrólisis asciende a aproximadamente el 7% a este pH para la urea y aproximadamente al 5% para los cianatos. Los compuestos alcalinos volátiles, como la hidracina y las aminas, influirán en los resultados titrimétricos. El cloro residual reacciona con el amoníaco; eliminar por pretratamiento de la muestra. Si es probable que una muestra contenga cloro residual, inmediatamente después de la recolección, trátela con un agente decolorante.

EQUIPOS Y MATERIALES

- Aparato de destilación: Coloque un matraz de vidrio de borosilicato de 800 a 2000 ml de capacidad unido a un condensador vertical de modo que la punta de salida pueda sumergirse debajo de la superficie de la solución ácida receptora. Utilice un aparato de vidrio de borosilicato o uno con unidades de condensación construidas con tubos de estaño o aluminio en bloque.
- Medidor de pH.

REACTIVOS: Para la preparación de reactivos y diluciones emplear agua sin amoníaco:

1. Solución indicadora mixta: disolver 200mg de indicador de rojo de metilo en 100ml de alcohol etílico o isopropílico al 95%. Disolver 100mg de azul de metileno en 50ml de alcohol etílico o isopropílico al 95%. Combine las soluciones. Prepararlas mensualmente.
2. Solución indicadora de ácido bórico: disuelva 20g de H_3BO_3 en agua, agregue 10ml de solución indicadora mezclada y diluya a 1L. Preparar mensualmente.
3. Titulador estándar de ácido sulfúrico 0.02N: estandarice el titulante frente a una cantidad de Na_2CO_3 que haya incorporado en la solución de ácido bórico indicadora para reproducir las condiciones reales de titulación de la muestra; $1.00ml = 14 \times \text{normalidad} \times 1000 \mu g N$.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: Los

resultados más fiables se obtienen con muestras frescas, si no es posible analizarlas en menos de 24h posterior a la recolección, se debe refrigerar sin acidificar a 4°C. Si se requiere una conservación de hasta 28 días, congelar la muestra a -20°C sin acidificar o conserve la muestra acidificándola a pH 2 y almacenamiento a 4°C.

Si se realiza conservación ácida, neutralice las muestras con NaOH o KOH inmediatamente antes de realizar la medición.

PROCEDIMIENTO:

- Preparación del equipo: Agregar 500 ml de agua y 20ml de tampón de borato, ajustar el pH a 9.5 con una solución de NaOH 6N y agregar a un matraz de destilación. Agregue algunas perlas de vidrio o chips hirviendo y use la mezcla para vaporizar el aparato de destilación hasta que el destilado no muestre rastros de amoníaco.
- Preparación de la muestra: use 500ml de muestra decolorada o una porción conocida diluida a 500 ml con agua. Cuando la concentración de NH_3-N sea inferior a 100g/L, utilice un volumen de muestra de 1000ml.
Eliminar el cloro residual agregando al momento de la recolección de la muestra, un agente decolorante equivalente al cloro residual, si se requiere neutralice el pH a 7 con ácido o base

diluidos y un medidor de pH.

Agregue 25ml de solución tampón de borato y ajuste el pH a 9.5 con NaOH 6N usando medidor de pH.

- Destilación: con el fin de minimizar la contaminación, dejar el aparato de destilación ensamblado después de vaporizar y hasta justo antes de comenzar la destilación de la muestra. Desconecte el matraz de vaporización y transfiera inmediatamente al matraz de muestra al aparato de destilación.

Destilar a una velocidad de 6 a 10ml/min con la punta del tubo a suministro debajo de la superficie de la solución receptora de ácido. Recoger el destilado en un matraz Erlenmeyer de 500ml que contenga 50ml de indicativo de solución de ácido bórico.

Recoger al menos 200 ml de destilado, baje el receptor de destilación de modo que el extremo del tubo de suministro esté libre de contacto con el líquido. Diluir a 500ml con agua.

- Valorar el amoníaco en destilado con un valorante estándar de H₂SO₄ 0.02N hasta que el indicador se torne de color lavanda pálido.
- Usar un blanco y realizarle todos los pasos del procedimiento.

- Cálculo

$$mg\ NH_3 - N_l = (A - B)280$$

Donde,

A= volumen de H₂SO₄ titulado por muestra, ml B= volumen de H₂SO₄ titulado por blanco CONTROL DE CALIDAD

- Usar un blanco y realizarle todos los pasos del procedimiento.
- Minimizar la contaminación, dejando el aparato de destilación ensamblado después de vaporizar y hasta justo antes de comenzar la destilación de la muestra.

4.50. COMPUESTOS FENÓLICOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

Los fenoles son muy solubles en agua y se presentan como resultados de la contaminación con residuos industriales; al aplicar cloro a dichas aguas, para su desinfección, se forman clorofenoles y se presentan problemas de olores y sabores indeseables a muy bajas concentraciones.

En concentraciones altas es muy tóxico. Causa irritación renal y hasta la muerte, pero su ingestión es improbable por su sabor desagradable. Tóxico para los peces. Muy usado como bactericida, pero es biodegradable. El método se aplica en este laboratorio para la matriz agua. Se emplea para el intervalo de 0,01 a 0.4 mg/L. Es un método espectrofotométrico, en el que se determinan los compuestos fenólicos. Los compuestos fenólicos destilados reaccionan con 4-aminoantipirina a pH 10.0 ± 0,1 en presencia de ferricianuro de potasio, formando un compuesto coloreado de antipirina (ver figura No 1). Este tinte es extraído de la solución acuosa con Cloroformo CHCl₃ y la absorbancia es medida a 460 nm.

TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA Tome la muestra de tal manera que sea representativa del

vertimiento en estudio. Utilice frascos plásticos de polipropileno de 500 mL de capacidad, como mínimo. Los fenoles en las concentraciones usualmente encontradas en aguas residuales están sujetos a oxidación biológica y química, por lo cual se deben preservar (pH menor a 4,0 con H₂SO₄) y almacenar las muestras a 4°C o menos, salvo que se analicen en el lapso de cuatro horas desde la recolección. Efectúe el análisis dentro de los 28 días siguientes a la toma de la muestra, cuando ésta ha sido preservada.

4.51. BIFENIL POLICLORADOS

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

(PCB) son compuestos orgánicos clorados, de origen sintético, líquidos aceitosos resinosos o sólidos, de color amarillo pálido, con leve olor a hidrocarburo. Poseen excelentes propiedades aislantes, larga vida útil y no son inflamables, por lo cual fueron utilizados ampliamente como fluidos dieléctricos al interior de equipos eléctricos o como constituyente de otros productos. Son compuestos que presentan un riesgo en el ambiente, debido a su persistencia, desplazamiento a grandes distancias, biomagnificación y toxicidad.

ALCANCE Y APLICACIÓN: consiste en un grupo de 209 compuestos relacionados conocidos como congéneres, la unión de varios de ellos se utilizó como aceite dieléctrico en transformadores. Los PCB son solubles en solventes orgánicos, aceites y grasas. Son sustancias de difícil degradación y por lo tanto permanecen largo tiempo en el ambiente, algunos estudios sugieren que la exposición a estos compuestos puede generar irritación en la nariz y pulmones, malestar gastrointestinal, alteraciones de la sangre y el hígado, además de depresión y fatiga.

RESUMEN: La cromatografía de gases es una técnica de separación cuyo principio fundamental es la técnica de partición diferencial de los analitos entre una fase móvil gaseosa y una estacionaria líquida o sólida. El método permite determinar la concentración de PCB en una muestra en partes por millón (ppm)

INTERFERENCIAS:

4.51.1. El detector de captura de electrones responde a otros compuestos que contienen cloro y a otros materiales electrofilicos que contienen elementos como halógenos diferentes al cloro, nitrógeno, oxígeno y azufre, los cuales pueden dar picos con tiempos de retención comparables a los PCB, por lo que es necesario pretratar la muestra mediante oxidación con ácido sulfúrico o el uso de florisil.

4.51.2. Contaminación por ftalatos por el uso de material de plástico, por lo que debe evitarse su uso en cualquiera de las etapas.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO:

- Use envases de vidrio ámbar con tapa roscada revestida con TFE, es importante destacar que, si la muestra no es corrosiva, una lámina de aluminio puede sustituir al TFE.
- Recolectar un volumen de muestra de 1000 mL.
- Si hay presencia de cloro residual, adicionar 80 mg de Tiosulfato de sodio por litro de muestra.
- Refrigerar a 4°C.
- Tiempo máximo de preservación 7 días para la extracción o 40 días para el análisis.

4.52. PLATA

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: Es un elemento metálico que como mineral es altamente deseado para joyería, componentes electrónicos, entre otras aplicaciones, además de emplearse como desinfectante en el tratamiento de agua. El efecto conocido en la salud humana es la generación de argiria por exposición a bajas concentraciones de plata. La espectrometría de absorción atómica de llama es un método aplicable a la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, oro, iridio, hierro, plomo, litio, magnesio, manganeso, níquel, paladio, platino, potasio, rodio, rutenio, plata, sodio, estroncio, talio, estaño y zinc.

RESUMEN: En la espectrometría de absorción atómica de llama, un rayo de luz se dirige a través de la llama, hacia un monocromador y hacia un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama. Para algunos metales, la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llamas. Debido a que cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza una lámpara fuente compuesta por ese elemento; esto hace que el método esté relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía en la longitud de onda característica absorbida en la llama es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un rango de concentración limitado.

INTERFERENCIAS:

4.52.1. Interferencia química: muchos metales se pueden determinar mediante la aspiración directa de la muestra a una llama de aire y acetileno, la interferencia química es la falta de absorción por los átomos unidos en combinación molecular en la llama.

4.52.2. Corrección de antecedentes: La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la llama pueden causar valores de absorción erróneamente altos que dan como resultado errores positivos. Cuando se produzcan tales fenómenos, utilice la corrección de fondo para obtener valores precisos.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO

- 4.52.2.1. La muestra debe ser recolectada en envases de plástico o vidrio borosilicato.
- 4.52.2.2. Recolectar un volumen de muestra de 1000ml.
- 4.52.2.3. Acidificar a pH<2 con ácido nítrico.
- 4.52.2.4. Tiempo máximo de preservación 1 mes.

4.53. COLIFORMES FECALES

Unidad de pago y medida: Unidad –UN

ALCANCE Y APLICACIÓN: La presencia de *Escherichia Coli* es un indicador de contaminación fecal y posible presencia de patógenos entéricos. Este organismo habita normalmente en el tracto digestivo de los animales de sangre caliente, y en agua o suelo se encuentra a causa de una contaminación fecal. Los coliformes fecales por su parte pueden provenir de suelo y superficies de agua dulce, por lo tanto, no siempre son intestinales. La presencia de estos microorganismos indica fallas en el tratamiento, sea de agua potable o residual.

RESUMEN: La filtración por membrana es el mecanismo mediante el cual se atrapan en la superficie de la membrana microorganismos cuyo tamaño es mayor que el tamaño del poro 0.45 μm , esto gracias a que una bomba eléctrica ejerce una presión diferencial sobre la muestra de agua haciendo que se filtre. Los contaminantes de tamaño menor que el específico del poro atraviesan la membrana o se quedan retenidos en su interior, las bacterias quedan en la superficie de la membrana y luego ésta es llevada a un medio de

enriquecimiento selectivo.

INTERFERENCIAS

- 4.53.1. Lavado de material ineficiente.
- 4.53.2. Fallas en el proceso de esterilización de material.
- 4.53.3. Ambientes contaminados que afecten las muestras.
- 4.53.4. Procedimientos inadecuados de la siembra.
- 4.53.5. Fallas en la toma y transporte de la muestra.

RECOLECCIÓN DE LA MUESTRA, PRESERVACIÓN Y MANEJO: El recipiente requerido es botellas de vidrio, esterilizables con capacidad no menor a 100 mL con preservante (tiosulfato de sodio y/o EDTA) si lo requiere. El volumen mínimo para análisis microbiológico es de 100 mL.

Para análisis bacteriológico se toma la muestra directamente sin realizar purga del recipiente, teniendo en cuenta no llenar el recipiente completamente, con la precaución de dejar una cámara de aire dentro de él; el recipiente bacteriológico y sutapa, no deben tocar ninguna superficie contaminada, ya que esto podría alterar el resultado. Se llena el recipiente hasta la cantidad deseada, se tapa y se coloca el material protector de la tapa (papel o tela) ajustado con una cuerda.

Cuando se hagan tomas de ríos, corrientes, lagos, pantanos, fuentes o pozos se obtendrán muestras representativas, no es conveniente tomar muestras demasiado cerca de la orilla o demasiado lejos del punto de extracción ni a una profundidad superior o inferior a la de dicho punto, en estos puntos se puede hacer uso de una cuerda o un nylon que se amarre a la botella y se descargue con la boca hacia abajo.

Después de recolectadas las muestras deben ser llevadas al laboratorio lo más rápido posible. Si no es posible el análisis en el lapso de 24 horas después del muestreo, se debe refrigerar a una temperatura entre 2°C. Se reduce al mínimo la posibilidad de cambio durante el almacenamiento y transporte de las muestras. Se evita la exposición a la luz solar directa. Es conveniente asegurar que los recipientes se mantengan en posición vertical y que el líquido de muestra no se derrame, igualmente el instrumento que se emplea como refrigerante no debe entraren contacto con la muestra para evitar su posible contaminación. La nevera de transporte debe contener hielos que mantengan la temperatura de refrigeración, estas deben estar limpias y en lo posible desinfectadas para evitar una fuente de contaminación

FIRMAS:

 TC. PABLO JOSÉ DÍAZ MORA Ordenador del Gasto y Delegado contractual	 TC. RAFAEL EDUARDO RUBIO REYES Gerente de Proyecto Área Funcional Lote 4 GACAS
 MY. LUZ YENNIFER GARCÍA ACOSTA Comité Estructuradores Técnico Lote 4 GACAS Cdte. Escuadrón de Apoyo Logístico	 T4. CHAVERRA LONDOÑO LEIDY JOHANA Comité Estructurador Técnico Lote 4 GACAS