

meq
La revista de la química útil

102

sep. 2002



DUREZA TOTAL (Volumetria)

Número de determinaciones: 300

Dureza total entre 0 – 50 ppm de CaCO_3 :

$$\text{Dureza mg de } \text{CaCO}_3/\text{L} = A * 20$$

Dureza total entre 50 - 500 ppm de CaCO_3 :

$$\text{Dureza mg de } \text{CaCO}_3/\text{L} = A * 2$$

A: ml de Reactivo 1 consumido

Procedimiento. Tomar un tamaño de muestra según el rango en el que se encuentre, si esta entre 0 y 50 ppm CaCO_3 tome 50 ml, si esta entre 50 y 500 ppm CaCO_3 tome 5 ml. Inicie la agitación y agregue 10 gotas de reactivo 2 (Buffer amoniacal), 2 gotas de indicador reactivo 3 (Negro de eriocromo TS) y añada gota a gota la solución valorante reactivo 1 (E.D.T.A 0.025M) a la muestra hasta viraje del indicador (rojo vino – azul).

CLORO (Colorimetria)

Número de determinaciones: 200

Procedimiento: Cloro libre para piscinas: Inicialmente se purgan los dos tubos de análisis, con el agua a tratar. Adicionar a uno de los tubos, 5 gotas del reactivo 1 (Solución buffer fosfato) y 5 gotas del reactivo 2 (Solución indicadora DPD). Medir con la jeringa, 5mL del agua a examinar y llevarla al tubo con los reactivos. Adicionalmente, se miden otros 5 mL del agua a analizar y se llevan al tubo vacío. Colocar y desplazar los tubos paralelamente sobre la carta de colores, de manera tal que el tubo con los reactivos y la muestra quede ubicado sobre los círculos blancos, y el otro tubo sobre las tonalidades rosadas. Se mueven los tubos simultáneamente sobre la escala hasta que la muestra tratada con los reactivos coincida con el color de la muestra sin tratar. Finalmente se lee el valor de medida.

pH. (Colorimetrico)

Número de determinaciones: 200

Procedimiento. Lavar los dos tubos con el agua a analizar y posteriormente llenar cada uno con 5 mL de la muestra y adicionar a uno de los tubos, 2 gotas del reactivo 3 (Solución indicadora rojo de fenol). Agitar hasta homogenizar el color. Ubicar los tubos paralelamente, colocando el tubo con muestra y sin reactivo (incoloro), sobre la fila de los círculos de colores y el frasco con reactivo y de coloración, se ubica sobre la fila de los círculos blancos. Trasladar simultáneamente los tubos, hasta que los colores de los dos frascos correspondan y finalmente se lee el valor de p.H.

ALCALINIDAD (Volumetrico)

Número de determinaciones: 300

Procedimiento: Tomar un tamaño de muestra según el rango en el que se encuentre: si esta entre 0 y 50 ppm CaCO_3 tome 50 ml, si esta entre 50 y 500 ppm CaCO_3 tome 5 ml.

A Viraje del indicador a pH 8.3. Lavar el vaso con el agua a analizar y llevarla hasta la señal correspondiente a 5 mL. Adicionar 2 gotas del reactivo 2 (Fenolftaleina TS) y agitar. La solución debe tomar una coloración rosa. (Si no, determinar el valor según B). Añadir el reactivo 1 (Ácido clorhídrico 0.05N) gota a gota, a la muestra, hasta que el color de ésta vire de rojo a incoloro.

B Viraje del indicador a pH 4.5. Lavar el vaso con el agua a analizar y llevarla hasta la señal correspondiente a 5 mL. Adicionar 2 gotas del reactivo 3 (Indicador mixto tashiro) y agitar. La solución debe tomar una coloración azul. Añadir el reactivo 1 (Ácido clorhídrico 0.05N) gota a gota, a la muestra, hasta que el color de ésta vire de azul a rojo anaranjado, pasando por gris.

$$\text{Alcalinidad mg } \text{CaCO}_3/\text{L} = (A * N * 50000) / \text{mL de muestra}$$

Donde:

A = mL de ácido estándar utilizado.

N = Normalidad del ácido estándar.

HIERRO (colorimétrico)

Número de determinaciones: 150

Procedimiento. Tome 10 mL de muestra en el recipiente para toma de muestra y agregue 10 gotas del reactivo 1 (Solución de hidroxilamina en ácido clorhídrico), agite. De la solución anterior, tome con la jeringa de 5 mL de muestra y llévelos a uno de los tubos comparadores de vidrio. Adicione 2 mL del reactivo 2 (Solución de o-fenantrolina en buffer acetato) y agite. Tome otros 5 mL de muestra sin tratar e introdúzcalos en el otro tubo comparador. Ubicar los tubos paralelamente, colocando el tubo con muestra y sin reactivos (incoloro), sobre la fila de los círculos de colores y el frasco con reactivo y de coloración, se ubica sobre la fila de los círculos blancos. Trasladar simultáneamente los tubos, hasta que los colores de los dos frascos correspondan y finalmente se lee el valor de hierro total.

Kits para análisis en campo

Soluciones simples para problemas inmediatos con análisis rápidos y de bajo costo.

Cada kit ha sido validado para asegurar resultados confiables.

Nuestros Kits:



Alcalinidad - Cloro y pH
Dureza total - Hierro total

Proyecto desarrollado
con el apoyo
del Ministerio de Desarrollo y
Fomipyme



**MOL LABS**
• REACTIVOS PARA ANÁLISIS
cra. 66A # 10 A - 82
teléfono : 4205200
telefax 4205211
Bogotá D.C

FORMALAB[®]

FORMALAB

www.empresario.com.co/diaquin.



*Diseño y construcción
de muebles para laboratorio.*

Asesoría B.P.M y B.P.L.

*Vitrinas para extracción
de gases y flujo laminar.*

*Sistemas de acondicionamiento
de aire.*

Grifería especial para laboratorio.

Duchas- lavaojos de seguridad .

*Superficies inertes especiales para
manejo de productos químicos
y biológicos.*

ASESCA[®]

www.asesca.com

Enviromental system.

*Sistemas industriales para purificar aire y agua
por ozonización.*

Torres de enfriamiento.

Cámaras frigoríficas.

Aires acondicionados.

Bebidas.

Piscinas.

Lavado de frutas y hortalizas.

Agricultura. Floricultura.

Avicultura. Porcicultura.



telefono: 5263120.
telefax: 2589049.
diagonal: 145 A # 30 - 48 Bogotá D.C.
website: www.empresario.com.co/diaquin.
e-mail: diaquin@empresario.com.co.

diaquin Itda
Representantes



Agua, el reactivo olvidado

Introducción

Los múltiples usos del agua en la vida normal llevan a que se pierda la conciencia sobre su carácter de reactivo químico. Se descuidan así los necesarios cuidados de su uso y manejo, en especial los relacionados con la conservación de su pureza, situación que conlleva baja repetitividad en los resultados experimentales, al mismo tiempo que se pierde atención sobre el alto costo que representa su mal uso o desperdicio.

El objetivo de éste artículo es recordar las principales propiedades del agua como reactivo de laboratorio y establecer mínimos cuidados relacionados con su pureza y alto costo.

2 Descripción del proceso.

Para obtener un producto adecuado al uso de laboratorio, será necesario retirar las principales impurezas de un agua potable, de acueducto, cuyo análisis debe ser similar al de la tabla 1

Tabla 01. Análisis de un agua potable. (Materia prima)

Análisis		Análisis	mg/L
Turbidez (UNT)	1.0	Sólidos totales	47
Color (UC)	9.1	Aluminio	0.08
pH	7.2	Nitritos	0
Conductividad $\mu\text{S}/\text{cm}$	90.	Cloro residual	0.6
Hierro (mg/L)	56	Dureza (CaCO_3)	39
Sulfatos (mg/L)	8.1	Alcalinidad total	23.5
Cloruros (mg/L)	7.4	Alcalinidad por Bicarbonatos	23.3

Fuente: Acueducto de Bogotá, en 020299

Las clasificaciones del agua según las especificaciones necesarias para conseguir repetitividad en diferentes tipos de experimentos coinciden con las posibilidades de su purificación, al mismo tiempo que definen los análisis adecuados para el control de calidad del producto final.

La tabla muestra las especificaciones definidas para cuatro tipos de agua, según ASTM.

Tabla 02. Análisis de un agua para laboratorio. (Producto)

ASTM Tipo	IV	III	II	I
Conductividad	5	0.25	1	0.056
Silica (mg/L)		500	3	3
TOC ($\mu\text{g}/\text{L}$)	>200	200	50	100
Cloruros ($\mu\text{g}/\text{L}$)	1	5	10	50
Sodio ($\mu\text{g}/\text{L}$)	1	5	10	50
pH	5 a 8	NA	NA	NA

Fuente: ASTM D1193, 1993

Las calidades del agua a usar en el laboratorio difieren según el uso final, por lo tanto diversas organizaciones proponen especificaciones algo diferentes como estándares de calidad óptimos: la American Chemical Society (ACS), la American Society for Testing and Materials (ASTM), la US Pharmacopeia (USP), y el National Committee for Clinical Laboratory Standards (NCCLS). son algunos casos norteamericanos que ilustran ese comportamiento. Para los fines de este artículo, referido a agua para laboratorio, es conveniente utilizar los criterios ASTM.

Visto así, las impurezas contenidas en el agua potable pueden agruparse de acuerdo con sus características y método de tratamiento:

1. Sólidos en suspensión, retirados por un pretratamiento por filtración u osmósis inversa. Al final de todo el proceso puede ser conveniente refinar el tratamiento, mediante una filtración por membrana, en línea. En este caso se utilizan membranas de 0.45 o 0.22 μm .
2. Biológicas, como bacterias y otros microorganismos, atacados con desinfectantes, como el cloro y yodo, o con biocidas, como el ozono o los rayos UV.
3. Orgánicas como macromoléculas disueltas o suspendidas, Azúcar es el ejemplo más típico, pueden ser retirados por destilación o ultrafiltración.
4. Moléculas disueltas, tales como el cloro, que deben ser adsorbidas, usualmente sobre carbón activado pero también sobre otros materiales de tecnología reciente, del tipo resinas.
5. Iones en solución, del tipo sodio y cloruros, pero también hierro, cualquier otro catión metálico o cualquier otro anión. Se retiran por medio de resinas de intercambio. Columnas separadas, de resina catiónica y aniónica, permiten llevar el agua hasta una conductividad de 1 $\mu\text{S}/\text{Cm}$, columnas de ambas resinas mezcladas, entregan agua hasta de 0.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Los métodos descritos son combinados convenientemente en las ofertas comerciales de equipos para purificación de agua, para que el usuario pueda utilizar en su laboratorio el agua de la pureza que requiere. Así:

El agua de tipo IV puede ser preparada por destilación, intercambio iónico, osmosis inversa o una combinación de ellas. Y debe ser utilizada en procedimientos que requieren grandes cantidades de agua de baja pureza.

Particularmente como agua de lavado o purga y para la preparación de soluciones buffer y volumétricas. Puede calcularse que un litro de agua tipo IV cuesta en Colombia cerca de \$150= si la tecnología es internacional y \$50 si es nacional.

El agua de tipo III puede ser preparada por los mismos métodos descritos para el agua de tipo IV, pero requiere de una filtración final por membrana de 0.45 μm . Puede ser utilizada para uso general de laboratorio, en análisis diferentes a los de trazas. El costo del litro de agua aumenta en cerca de \$50=

El agua de tipo II puede ser preparada desde agua pretratada hasta el tipo IV, seguida de destilación en un aparato que permita llegar hasta una conductividad menor que 0.1 μS . Debe ser utilizada en los casos en que el método experimental requiere de bajas cantidades de materia orgánica. El costo del agua destilada puede llegar hasta los \$400 por litro.

El agua de tipo I puede ser preparada por destilación, seguida de deionización por resinas separadas, resinas mezcladas, y filtración por membrana de 0.2 μm . Debe ser utilizada cuando son necesarias máximas precisión y exactitud.

Un litro de agua tipo IV llega a un costo cercano a los \$300= por litro.

Los métodos de preparación, usos y costos descritos asumen equipos que cumplen las guías de buenas prácticas de laboratorio, es decir, que han sido bien diseñados, instalados, validados y mantenidos.

La norma ASTM 1193-77, reprobada en 1983, a la que se ha hecho referencia a lo largo de este artículo, acepta la destilación como método de purificación aunque los proveedores de equipos recientes tienden a desplazar ese método, costoso en equipo, consumo de agua y óe energía, por otros basados en adsorción y ultrafiltración.

Equipos de purificación

Así, la oferta actual del mercado, puede describirse, en orden de complejidad del equipo y pureza del producto obtenido y asumiendo agua potable como alimentación, así:

- El equipo fundamental compuesto por un prefiltro, columnas de intercambio anónico y catiónico y un filtro final de membrana. Con el es posible conseguir, al costo más bajo, cantidades relativamente grandes de agua de tipo IV.

Este tipo de equipos suele utilizarse también para la purificación de aguas industriales que requieren un bajo contenido de iones, como en el caso de la litografía. En esos casos puede ser adecuado un pretratamiento que añade al prefiltro una unidad de osmosis inversa, con el fin alargar la vida útil de las resinas. Además, los sistemas de deionización de tales equipos son diseñados para que puedan ser regenerados con facilidad.

La mayor dificultad asociada al uso de equipos regenerables está en la sanitización, es decir, la limpieza microbiana, pues en cada ángulo, literalmente en cada resquicio de los contenedores de la resina y de la tubería de conducción del agua suelen crecer colonias de microorganismos que, por ser de difícil acceso, son extremadamente difíciles de eliminar.

La regeneración y la sanitización, es decir el mantenimiento, eleva sensiblemente en costo del agua producida por éste tipo de equipos.

Para uso de laboratorio puede ser suficiente con unidades de cartuchos desechables, que sin embargo, también elevan sensiblemente el costo. Es conveniente no dejarse engañar por el aparente bajo costo por litro de agua purificada obtenida. El consumo de un metro cúbico de agua para lavado llega a costar entre \$150.000= y \$400.000=, y será con seguridad un costo mayor que el del reactivo más caro utilizado en el laboratorio.

- Con una columna de resinas de intercambio mezcladas, agregada antes del filtro de membrana es posible llegar hasta agua de tipo III. El bajo contenido de iones del agua de tipo III, le hace adecuada para el análisis espectrofotométrico de metales, incluso absorción atómica hasta niveles de ppm.

- Al equipo fundamental utilizado para la producción de agua tipo IV debe añadirse una unidad de sanitización ultravioleta y una de ultrafiltración para llegar a agua de tipo II. Con ellas se consigue eliminar moléculas orgánicas con el fin de realizar análisis de trazas de material orgánico, como en el caso del UV Vis.

- Con la recirculación del agua obtenida a través de la secuencia de resinas mezcladas, y la unidad de ultrafiltración es posible conseguir agua de tipo I, apropiada para los análisis de trazas, incluyendo HPLC, Absorción atómica con horno de grafito, espectroscopia de masas y cromatografía de gases.

Protocolo para la determinación de Alcalinidad en agua

juego para laboratorio No.1702 51

Elaboró: Ing. Elkin Mateus R.

Versión: 1

1. GENERALIDADES

Como alcalinidad se define la suma de todas las bases titulables presentes en un agua, o la capacidad de neutralización ácida de tal agua.

En la práctica suelen determinarse dos puntos: la alcalinidad a la fenolftaleína (F) a pH 8.3, y la total, al verde de bromocresol, (T) pH 4.5. De los resultados para (T) y (F) es posible calcular las proporciones de bicarbonatos, carbonatos e hidróxidos (en ausencia de otros ácidos débiles). Definidos los resultados en mg/L CaCO_3 :

Titulo	OH^-	CO_3^{2-}	HCO_3^-
F = 0	0	0	T
F < 0.5T	0	2F	(T-2F)
F = 0.5T	0	2F	0
F > 0.5T	(2F-T)	2(T-F)	0
F=T	T	0	0

Puesto que en la determinación con identificación electrométrica del punto final los jabones, aceites y otros sólidos cubren el electrodo y generan respuestas lentas, en ocasiones resulta conveniente identificar el punto final con indicadores.

2. APARATOS

Bureta de vidrio o bureta digital. Para la titulación, prefiera vasos desechables o erlenmeyers de vidrio y use con preferencia agitador magnético.

3. PROCEDIMIENTO

Colecte las muestras llenando completamente botellas de polietileno o vidrio y almacénelas a 4°C. Evite la agitación y la aireación. Si es de sospechar actividad biológica, analice antes de seis horas. NO FILTRE, NO DILUYA, NO CONCENTRE, NI ALTERE LA MUESTRA.

Es preferible hacer una pretitulación para escoger una alicuota de muestra suficiente para consumir cerca de 10 ml de titulante.

Tome la alicuota de muestra. Si contiene cloro residual, añada 2 gotas de sodio tiosulfato 0.1N. Inicie la determinación (F) con la adición de 3 o 4 gotas de fenolftaleína TS a la alicuota y títule de inmediato con A. clorhídrico 0.02N. Al acercarse



al punto final (viraje de fucsia rojizo a transparente) haga adiciones pequeñas y asegúrese que se ha alcanzado equilibrio antes de adicionar un nuevo volumen. A continuación, sobre la misma muestra (T), adicione 3 o 4 gotas de verde de bromocresol TS a la alicuota y títule de inmediato con ácido clorhídrico 0.02N. Punto final en el viraje de amarillo a azul.

4. CÁLCULOS

Alcalinidad (T) y (F):

$$\text{mg CaCO}_3/\text{L} = [A * N * 50000] / \text{ml muestra}$$

Con A: ml ácido consumido, N: Normalidad ácido.

5. PRECISIÓN Y SESGO

Puede aceptarse desviación estándar del 5% y un sesgo máximo 8%.

6. MANEJO AMBIENTAL DE DESECHOS

Elimine los residuos de la titulación hacia un recipiente que contenga sales neutras.

7. BIBLIOGRAFIA

Official Methods of Analysis of AOAC International, Método 973.43, 16th edition, 1998.

Standard Methods for the examination of water and wastewater. 18 edition, 1992. Método 2320 B.

8. MOL LABS

Para la determinación de alcalinidad ofrece:
170251: Combo alcalinidad

Reactivos	Presentación
a. Ácido clorhídrico 0.02N	1000 ml
b. Verde de bromocresol TS	30 ml
c. Fenolftaleína TS	30 ml
d. Sodio tiosulfato 0.1N.	30 ml
e. Protocolo y hoja de datos.	

O los productos individualmente:

Código	Producto
430514	Ácido clorhídrico 0.02N. 1000 ml
644206	Verde de bromocresol TS. 300 ml
641706	Fenolftaleína TS. 300 ml
438754	Sodio tiosulfato 0.1N. 1000 ml

Solicite muestras e información en nuestro PBX: 420 5200 o por medio del formulario de contacto en www.mollabs.com.

COMBOS

Una compra:

Todas las soluciones necesarias para un análisis de laboratorio.

Fácil almacenamiento e identificación.

Costo efectivo si es de alto consumo porque viene todo listo para usar.

Ahorra en tiempos de preparación y en ajuste de cálculos por la variación de concentraciones de las soluciones preparadas.

Costo efectivo si es de baja rotación porque no requiere comprar reactivos para almacenar. Sólo los que se usarán, en las cantidades proporcionales a utilizar.

Y la clave es que usted adquiere las soluciones listas para el uso en cantidades estrictamente proporcionales al consumo real: cero desperdicios en costos reactivos.

Cada juego de reactivos ha sido validado para que sea trazable con los resultados a obtener siguiendo las guías de Standard Methods.



crr 66A # 10 A - 82
telefono : 4205200
telefax 4205211
Bogota D.C

Diseñamos otros combos

de acuerdo con sus necesidades.

NUESTROS COMBOS

Alcalinidad
Dureza
Cloruros
DQO
Acidez



ANDIA_{ALTOA}

REPRESENTANTE AUTORIZADO
EQUIPOS Y REACTIVOS PARA ANALISIS DE AGUAS



Ofrecemos una completa línea de Instrumentos de laboratorios y portátiles, Instrumentos de monitoreo continuo y juegos de campo para pruebas específicas, facilitando el análisis de todos los parámetros importantes de calidad de agua, en diversas aplicaciones tales como Agua Potable, Aguas de Bebida, Aguas Servidas y Aguas Residuales.

Calle 60A No. 5-77
PBX: (1) 235 1574 FAX: (1) 235 1554
Bogota D.C
andia@col1.telecom.com.co

- ESPECTROFOTÓMETROS.
- COLORÍMETROS DIGITALES PORTÁTILES.
- MEDIDORES DE OXÍGENO DISUELTUO.
- pH-METROS.
- CONDUCTIVÍMETROS.
- COMPARADORES COLORIMÉTRICOS Y DE TITULACIÓN PORTÁTILES.
- MEDIDORES DE D.B.O. Y D.Q.O.
- TURBIDÍMETROS.
- TITULADORES DIGITALES.
- ANALIZADORES Y MONITORES DE PROCESO CONTINUO.
- MUESTREADORES AUTOMÁTICOS DE FLUIDOS.
- MEDIDORES DE CAUDAL EN CANAL ADYACENTE.
- INCUBADORAS PARA MICROBIOLOGÍA.
- ACCESORIOS E IMPLEMENTOS PARA MICROBIOLOGÍA.
- VIDRIERÍA PARA LABORATORIO.
- REACTIVOS PARA ANÁLISIS.
- SERVICIO TÉCNICO CERTIFICADO.

SCHOTT

AMERICAN
SIGMA

HACH[®]
Be Right™


MOL LABS[®]
• REACTIVOS PARA ANALISIS

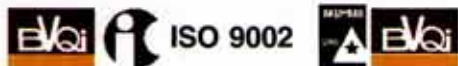


asesoría técnica e información

queremos resolver sus inquietudes, éstas son de gran importancia para nosotros

servicliente@mollabs.com

sistema de calidad certificado



Reactivos para análisis producidos
en Colombia bajo certificación
ISO 9002

Directo a la lista de precios

Fichas técnicas
Hojas de seguridad
Certificados de calidad

Documentos de calidad

Cursos y capacitaciones
Servicios en química analítica
Nuevos productos desarrollados

**Contacte cualquiera
de nuestras áreas**

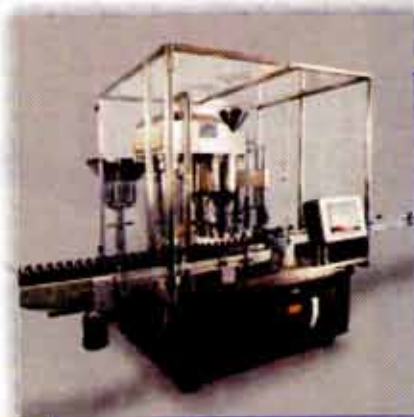
Precisión

Exactitud Confianza Lote a Lote

mollabs.com



**Representantes
para Colombia**



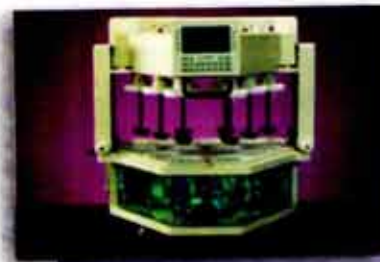
TECNOMACO

- Líneas de Líquidos
- Líneas de Sólidos
- Líneas Estériles
- Blisteadoras - Estuchadoras
- Etiquetadoras de Autoadhesivos
- Impresoras Flexográficas



HOTPACK

- Analizadores de Carbono
Orgánico Total
- Validación de Limpieza



VANKEL

- Disolución
- Desintegración
- Friabilidad
- Dureza

IONICS - SIEVERS



- Cámaras de Estabilidad
- Esterilizadores
- Incubadoras
- Cabinas de flujo laminar



LLEAL

- Maquinaria de
proceso



SERVICIOS

- Mantenimiento
- Calibraciones
- Validaciones



AMERICAN FARMAGRUP LTDA.

Calle 22D Bis No. 42C - 54 Bogotá D. C. Amfar@unete.com
Teléfonos: (571) 269 5403 - 268 0494 Fax (571) 368 288