

**Comisión Municipal de Agua Potable y Alcantarillado del
Municipio de Nuevo Laredo Tamps.**

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS

**Departamento de Calidad del Agua.
Laboratorio de Agua Potable.**

**Realizó: T.Q.I. Abigail Arzate Rodríguez
Revisó: Q.F.B. Marisela Flores Elvira**

**Edición Original: Junio del 2004.
Revisión: Núm. 8 / Noviembre 2019.**



TURBIDEZ.-

(Límites Máximos Permitidos de Turbidez en Agua Potable 0 – 5 NTU).

Esencialmente la turbidez es el efecto óptico que ocurre cuando los rayos de luz chocan con materiales suspendidos en un fluido. La palabra nefelometría, generalmente aceptada como un método específico de medición de turbidez, es derivada de la palabra griega "nubes". Esto se refiere a la medida de nebulosidad.

La turbidez es medida por un rayo directo de luz hacia un lado de la celda que contiene una muestra midiendo la cantidad de luz que es reflejada a un ángulo de 90° por cualquier partícula presente y comparándola con la luz desviada por una suspensión estándar de referencia. La intensidad de luz que se refleja a 90 ° es medida por un fotodetector estable ampliada y demostrada en una pantalla digital. La cantidad de luz es directamente proporcional al grado de turbidez.

El término NTU. (Unidades nefelométricas de turbidez) se usan para expresar los resultados de prueba de la medida desarrollada con un Turbidímetro moderno de 90° (2100N HACH).

Instrumental:

- ✓ Turbidímetro 2100 N HACH.
- ✓ Celdas de vidrio especiales para Turbidímetro.

Procedimiento para calibrar Turbidímetro (StablCal):

1. Retire el ensamblado del filtro.
2. Limpie la lente del ensamblado del filtro USEPA.
3. Sujete la pestaña del ensamblado del filtro USEPA de forma que las flechas apunten hacia la parte delantera del instrumento. Introduzca el ensamblado del filtro firmemente en la carcasa.
4. Pulse **CAL**. La luz S0 se iluminará. La pantalla mostrará el valor NTU del agua de dilución utilizada en la última calibración.
5. Coja el vial <0,01 NTU. Limpie el vial con un paño suave sin pelusa para eliminar las gotas de agua y las huellas de dedos. No invierta el vial.
6. Aplique una pequeña gota de aceite de silicona desde la parte superior del vial hasta la inferior.

7. Utilice el paño lubricante para aplicar el aceite de forma uniforme por la superficie del vial. Elimine el exceso de aceite. Asegúrese de que el vial esté casi seco.
8. Coloque el vial en el soporte de cubetas de muestras con el triángulo del vial alineado con la marca de referencia del soporte de cubetas de muestras. Cierre la cubierta.
9. Pulse **ENTER** (Intro). El instrumento realizará una cuenta atrás y, a continuación, medirá el estándar. Después mostrará el siguiente estándar que debería usarse. La luz S1 se iluminará.
10. Retire el vial del soporte de cubetas de muestras.
11. Repita los pasos 5-10 para los otros viales StablCal (desde el estándar NTU más alto). La luz S0 se encenderá después de que se mida el último vial.
12. Pulse **CAL**. El instrumento guardará los nuevos datos de calibración y volverá al modo de medición.

Almacenamiento de estándares StablCAL

- No traslade un estándar StablCal a otro contenedor distinto para almacenarlo. Mantenga los estándares StablCal en la caja de plástico suministrada, con la cubierta cerrada.
- Almacénelos a una temperatura de 5 a 25 °C (41-77 °F).
- Para un almacenamiento a largo plazo (más de un mes hasta que se vuelvan a usar), manténgalos a 5 °C (41 °F).

Medición de la turbidez

Para obtener mediciones de turbidez precisas, utilice cubetas de muestras limpias y extraiga las burbujas de aire.

Notas sobre la medición

Las técnicas de medición adecuadas son importantes para minimizar los efectos de los cambios de instrumento, la difusión de la luz y las burbujas de aire. Para obtener mediciones precisas y repetibles.

Instrumento

- Durante la medición, asegúrese de que el instrumento esté sobre una superficie nivelada y en reposo que no vibre.
- El ensamblado del filtro USEPA es obligatorio para las mediciones de turbidez que se envíen para los permisos de estas entidades:

Environmental Protection Agency (USEPA), National Primary Drinking Water Regulations (NPDWR) o National Pollutant Discharge Elimination System (NPDES).

- Encienda el instrumento 30 minutos antes (proporción activada) o 60 minutos antes (proporción desactivada) de realizar la medición. Mantenga el instrumento encendido las 24 horas del día si lo utiliza con regularidad.
- Coloque siempre la tapa del compartimento durante la medición, calibración y guardado.
- Extraiga la cubeta de muestras del instrumento y apáguelo si lo va a guardar por un periodo largo de tiempo (más de un mes).
- Mantenga cerrada la tapa del compartimento de muestras para que no entre suciedad o polvo.

Cubetas de muestras

- Coloque siempre el tapón de la cubeta de muestras para evitar el derrame dentro del instrumento.
- Utilice siempre cubetas limpias y en buen estado. Las cubetas sucias, arañadas o dañadas pueden arrojar lecturas no precisas.
- Asegúrese de que las muestras frías no “empañen” la cubeta de muestras.
- Guarde las cubetas llenas con agua destilada o desionizada y tápelas firmemente.
- Para obtener la mayor precisión, utilice una única cubeta de muestras para cada medición o una celda de flujo.

Nota: Como alternativa, puede utilizar cubetas de muestras coincidentes para realizar mediciones, pero no ofrecerán una exactitud y precisión tan buenas como una única cubeta de muestras indexada o una celda de flujo. Cuando utilice cubetas de muestras coincidentes, alinee la marca de orientación de la cubeta de muestras con la marca de referencia del soporte de cubetas de muestras.

Medición

- Mida las muestras inmediatamente para evitar sedimentación y cambios de temperatura. Antes de tomar una medición asegúrese de que la muestra sea homogénea.
- Evite diluir la muestra cuando posible.
- Evite utilizar el instrumento bajo la luz solar directa.

Procedimiento de medición de la turbidez

1. Enjuague una cubeta de muestras dos veces con la solución que se vaya a medir y déjela secar completamente. Llene la cubeta de muestras hasta la línea (aprox. 30 ml) con muestra y coloque inmediatamente el tapón de la cubeta de muestras.
2. Limpie las cubetas de muestras con un paño suave sin pelusa para eliminar las gotas de agua y las huellas de dedos.
3. Aplique una pequeña gota de aceite de silicona desde la parte superior de las cubetas de muestras hasta la inferior.
4. Utilice el paño lubricante suministrado para aplicar el aceite de forma uniforme por la superficie de las cubetas de muestras. Elimine el exceso de aceite. Asegúrese de que las muestras estén casi secas.
5. Invierta lenta y cuidadosamente la cubeta de muestras para que la muestra se mezcle totalmente. Tenga cuidado de que no aparezcan burbujas de aire.
6. Coloque la cubeta de muestras en el soporte de cubetas de muestras con el triángulo de la cubeta de muestras alineado con la marca de referencia del soporte de cubeta de muestras. Cierre la cubierta.
7. Lea el valor y regístrelo cuando se estabilice.

Nota: Para enviar (mediante RS232) un registro de la medición, pulse **PRINT** (IMPRIMIR).

Técnicas de medición

Las mediciones pueden realizarse empleando diferentes ajustes de modo de funcionamiento y accesorios opcionales.

Calibre el instrumento siempre que cambie la longitud de recorrido de la cubeta de muestras.

Rango manual o automático.

El fabricante recomienda usar el modo de rango automático para la mayoría de las mediciones.

El ajuste puede cambiarse en cualquier momento durante la medición de muestras.

Pulse **RANGE** (RANGO) varias veces para pasar del modo automático al modo manual y, a continuación, desplácese por los ajustes del modo de rango manual.

La luz Manual Range (Rango manual) se enciende cuando está seleccionado el rango manual. La luz Auto Range (rango automático) se enciende cuando está seleccionado el rango automático.

Notas:

- Cuando seleccione el rango manual, la pantalla mostrará una serie de nueves parpadeantes cuando la muestra que se esté midiendo sea superior al rango seleccionado. La pantalla mostrará una serie de ceros parpadeantes cuando la muestra que se esté midiendo sea inferior al rango seleccionando.
- Cuando seleccione el rango automático, la pantalla mostrará una serie de nueves parpadeantes cuando la muestra sea superior al rango del instrumento. La pantalla mostrará nueves parpadeantes cuando la proporción esté desactivada y la medición sea superior a 40 NTU (28 nephelos o 9,8 EBC). Active la proporción para aumentar el rango.
- Cuando el rango automático esté seleccionado, la pantalla mostrará ceros parpadeantes cuando la medición sea inferior al rango del instrumento o sea un valor negativo. Calibre el instrumento.

DETERMINACIÓN DE CLORO RESIDUAL Y CLORO TOTAL MÉTODO VOLUMETRICO.-

(Límites Máximos Permisibles en Agua Potable es de 0.2–1.5 mg/L).

El tratamiento por cloración del agua sirve principalmente para controlar la acción de microorganismos que pueden ocasionar daños a la salud. El Cloro actúa sobre las bacterias por inhibición de la actividad enzimática. Un beneficio secundario es mejorar la calidad del agua, como resultado de la reacción del Cloro con Amoníaco, Hierro, Manganeso, Sulfuro y algunos componentes orgánicos.

El método se basa en la titulación con una solución de Sulfato Ferrosoamónico (SFA) utilizando N,N-dietil-p-fenilendiamina (DPD) como indicador. Cuando no se requiere una diferenciación completa de las especies de Cloro, el método puede simplificarse para dar solamente Cloro Libre, combinado o residual total.

Material y Reactivos:

Material común de laboratorio.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico a menos que se indique otra especificación.

Cuando se habla de agua debe entenderse como *agua destilada excenta de cloro*, y de demanda de cloro.

- ✓ Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado, de densidad 1.84.
- ✓ Fosfato de sodio dibásico (Na_2HPO_4) anhidro.
- ✓ Fosfato de potasio monobásico (KH_2PO_4) anhidro.
- ✓ Sal disódica del ácido etilendiamino tetracético dihidratada (EDTA).
- ✓ Cloruro de Mercurio ($HgCl_2$).
- ✓ N,N-dietil-p-fenilendiamina oxalate (DPD)
- ✓ Sulfato Ferroso Amoniacal (SFA) $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- ✓ Acido Fosfórico concentrado (H_3PO_4).
- ✓ Difenilamina Sulfonato de Bario ($C_5NHC_6HSO_3$)₂Ba.
- ✓ Dicromato de Potasio ($K_2Cr_2O_7$).
- ✓ Tioacetamida (CH_3CSNH_2).
- ✓ Ioduro de Potasio cristales (KI).

Preparación de soluciones.-

Solución amortiguadora de Fosfato ("A").

- Disolver 24g de Fosfato de Sodio Dibásico (Na_2HPO_4) Anhidro ó 60.5 g. de fosfato de sodio bibásico dodecahidratado ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) ó 45.3 g. de fosfato de sodio dibásico ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) y 46g de Fosfato de Potasio Monobásico (KH_2PO_4) Anhidro en agua.
- Combinar con 100 ml de agua en la que se han disuelto 800mg de sal disódica del Acido Etilendiamino Tetracético Dihidratada (EDTA). Diluir a un litro con agua y añadir 20mg de cloruro mercúrico (HgCl_2) para evitar el crecimiento de moho en interferencias en la prueba de cloro libre causadas por cualquier traza de yoduro en los reactivos.

Solución de indicador de N, N-dietil-p- fenilendiamina DPD. ("B").

- Disolver 1g de oxalato de DPD ó 1.5 g de sulfato de DPD pentahidratado ó 1.1g de sulfato de DPD anhidro en agua conteniendo 8ml de H_2SO_4 (1+3) y 200mg de EDTA.
- Aforar a un litro, almacenar en frascos ámbar con tapón esmerilado y desechar cuando se observe decoloración.

Titulante estándar de sulfato de amonio ferroso SFA ("C").

- Disolver 1.106g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua conteniendo 1 ml de H_2SO_4 (1+3) y aforar a un litro con agua recientemente hervida y enfriada. Este estándar puede utilizarse durante un mes. Verificar el título con Dicromato de Potasio, para este propósito añadir 10ml de H_2SO_4 (1+5), 5ml de H_3PO_4 concentrado y 2ml de indicador de Difenilamina Sulfonato de Bario al 1% a una muestra de 100ml de SFA y titular con el estándar primario de dicromato de potasio 0.1000 N hasta un punto que vire violeta que persista durante 30s.
- Si el SAF es exactamente 0.0028 N, la titulación debe tomar 2.8 mL de la solución de Dicromato de Potasio y no será necesario hacer cálculos, la titulación será 1 mL de SAF equivaldrá a 1mg/L de Cloro.

Solución de Tioacetamida (CH_3CSNH_2) 0.25 %

- Disolver 250mg de Tioacetamida en agua y aforar a 100ml.

Ioduro de potasio, en cristales (KI).

Solución De Ioduro de potasio.

- Disolver 500mg de KI Y diluir a 100ml de agua recientemente hervida y enfriada. Almacenar en un frasco ámbar con tapón esmerilado, de preferencia en el refrigerador a una temperatura (2 a 8° C). Desechar cuando la solución se ponga amarilla.

Solución de dicromato de potasio.

- Disolver 4.904g de $K_2Cr_2O_7$ anhidro en agua y aforar a 1000ml. Almacenar en frasco de vidrio ámbar con tapón esmerilado.

Solución de difenilamina sulfonato de bario, al 1% ($C_5NHC_6H_4SO_3$)₂ Ba.

- Disolver 0.1g de difenilamina sulfonato de bario en agua y aforar a 100ml.

Agua libre de demanda de cloro.

Para preparar agua libre de demanda de cloro a partir de agua destilada de buena calidad. Añadiendo suficiente hipoclorito de sodio para dar 3.5 mg/L de cloro libre residual. Después de 2 días esta solución debe contener cuando menos 2mg/L de cloro libre, si no es así desecharla y obtener agua de una mejor calidad. Eliminar el cloro remanente colocando el recipiente a la luz solar. Después de varias horas, tomar una muestra, y medir el cloro total mediante un método colorimétrico. No usarla hasta que haya sido eliminada la última traza de cloro libre y combinado.

Procedimiento Cloro Libre residual.

- 1.- Colocar 5 ml de la solución "A" (Buffer de Fosfatos) y 5 ml. De la solución "B"(N-N, Dietil p-p Fenilendiamina, solución indicadora) en un matraz erlenmeyer de 250 ml.
- 2.- Añadir 100ml de muestra. Mezclar, (la solución se tornara color rojo).
- 3.- Agregar 0.5ml de la solución de tioacetamida.
- 4.- Titular rápidamente con la solución "C" (Sulfato de Amonio Ferroso).
- 5.- El consumo del titulante es equivalente a la concentración de cloro libre residual.

Nota: 1.0ml de SAF patrón titulante=1.0mg/L de cloro libre.

Cloro Libre y Cloro combinado. (Cloro Total)

1.-Colocar 5ml de reactivo amortiguador y 5ml de la solución DPD en un matraz de titulación y mezclar.

2.-Titular rápidamente con titulante estándar de SAF hasta que desaparezca el color rojo.

Monocloramina.

3.-Añadir a la misma muestra 2 gotas de yoduro de potasio (0.5%) y mezcla. Continuar con la titulación. Continúa la titulación hasta que desaparezca el color rojo.

Dicloramina.

4.-Añadir 1g de yoduro de potasio, mezclar para disolver. Dejar reposar durante 2 minutos y continuar con la titulación hasta que desaparezca el color rojo.

Cloro total método simplificado.

- Agregar 5ml del reactivo amortiguador(A) Y 5ml de solución de DPD (B) y mezclar.
- Agregar 100ml de muestra, añadir 1g de Yoduro de Potasio y mezclar.
- Dejar reposar 2 minutos. Posteriormente Titular con SAF hasta que desaparezca el color rojo.

Cálculos:

- La concentración de los diferentes compuestos de cloro debe determinarse de acuerdo a la tabla siguiente, considerando que para una muestra de 100ml del titulante estándar de SFA = 1.00mg/L de cloro.

Determinación de Cloro Libre, método colorimétrico.

1.-Llene un tubo de colorimetría hasta la primera marca (5ml) con la muestra de agua esto constituye el blanco.

2.-Coloque este tubo en la apertura superior izquierda del comparador.

3.-Llene otro tubo para colorimetría hasta la primera marca, con la muestra de agua.

4.-Vierta el contenido del sobre del reactivo de DPD en el segundo tubo de los preparados anteriormente.

5.-Agite para mezclar.

6.-Coloque el segundo tubo en la abertura superior derecha del comparador,

7.-Haga girar el disco de color hasta que el color coincida en ambas aberturas.

8.-Lea los mg/L de cloro libre en la ventanilla de la escala.