

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 7

1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de pH en la matriz agua por electrometría de acuerdo con lo establecido en el método SM 4500 –H+ B Ed. 23 de 2017, para el Laboratorio de Calidad Ambiental del IDEAM.

2. ALCANCE

La determinación de pH por el método electrométrico se realiza en muestras de agua superficiales y lluvia de acuerdo a lo establecido por el laboratorio. El rango de lectura para las condiciones del laboratorio es de 4 unidades de pH a 10 unidades de pH.

Tabla 1. Resultados de la confirmación del Método

CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I023			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 03/10/2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	N.A	Unidades	
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	N.A	Unidades	
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE % CV	5,41	%	Nivel de concentración bajo, 4,01 unidades
	0,20	%	Nivel de concentración medio, 7,00 unidades
	0,34	%	Nivel de concentración alto, 10,01 unidades
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	0,15	%	Nivel de concentración bajo, 4,01 unidades
	1,07	%	Nivel de concentración medio, 7,00 unidades
	0,99	%	Nivel de concentración alto, 10,01 unidades
	0,024	%	Mc, muestra CALA
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	4,01 a 10,01	Unidades	Sin dilución de la muestra

3. DEFINICIONES

Blanco: Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

Fem: Fuerza electromotriz

mV: milivoltios.

pH: $-\log [H^+]$

pOH: $-\log [OH^-]$

SM: Standard Methods For the Examination of Water and Wastewater.

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad.

Utilizar los implementos de seguridad, en la preparación de reactivos. En esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad y guantes de nitrilo.

Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 2 de 7

5. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

5.1. Equipos

- pH metro
- Electrodo

5.1.1. Verificación de Equipos

Comprobar que los equipos se encuentran en óptimas condiciones, antes de operarlos. Diligenciar el formato M-S-LC-F007 de control diario de manejo del equipo.

5.2. Materiales

- Beaker
- Toalla o pañito de secado
- Frasco lavador
- Agitador magnético
- Plancha de agitación

5.3. Reactivos

Solicitar los reactivos, vidriería y material diligenciando el formato M-S-LC-F039. Etiquetar las soluciones y registrar la preparación en el formato M-S-LC-F064 Control de preparación de soluciones.

- Solución de llenado del electrodo ORION 810007.
- Solución de almacenamiento para el electrodo ORION 810001.
- Soluciones buffer de pH 4,00 - 7,00 - 10,00 trazables.
- Agua Tipo II.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

El electrodo de vidrio está libre de interferencias debidas a color, turbidez, material coloidal, oxidantes, reductores o alta salinidad, excepto para interferencias del ion sodio en soluciones de pH >de 10; este error se reduce con la utilización de electrodos especiales (“error bajo de sodio, *low sodium error*”).

Las mediciones de pH varían con la temperatura en dos formas: por efectos mecánicos causados por cambios en las propiedades de los electrodos y por efectos químicos producidos por alteración de las constantes de equilibrio. En el primer caso, se incrementa la pendiente de la ecuación de Nernstian con el aumento de temperatura y los electrodos requieren de un mayor tiempo para lograr el equilibrio térmico. Este efecto provoca cambios significativos en el pH. Debido a que los equilibrios químicos afectan el pH, los estándares para preparar las soluciones tampón tienen pH específico a la temperatura indicada. Reportar siempre la temperatura a la cual se mide el pH.

6.1 CONDICIONES AMBIENTALES

Para el manejo del equipo de pH es necesario tener en cuenta las condiciones ambientales definidas en el instructivo de operación MS-LC-I003.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente tabla.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO	Código: M-S-LC-I023
	DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL	Versión : 03
	MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H⁺B	Fecha: 21/10/2020
		Página: 3 de 7

Tabla 2. Control Calidad Método SM 4500-H⁺ B

Calibración o Estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del Método (MB)	Blanco Fortificado en Laboratorio (LFB)	Duplicado	Matriz fortificada en Laboratorio (LFM)	Duplicado matriz fortificada en laboratorio (LFMD)	Otro
X	X	-	X	X	-	-	

Tomado del SM Tabla 4020: I. (- indica que un tipo de control de calidad no es obligatorio para el método)

- Utilizar material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.
- Efectuar el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.
- Verificar el pH-metro y confirmar que la pendiente del electrodo este entre 92 y 102%, cuando aplique según equipo de medición. Cuando la pendiente no cumple con los límites aceptados, revisar todo el procedimiento para determinar que ocurre. No realizar los análisis de las muestras hasta verificar que sucede y solucionar el problema.
- Analizar solución de 4, 7 y 10 unidades con cada lote de 20 muestras o menos.
- Procesar un duplicado por cada lote de 20 muestras o menos.
- Confirmar que el duplicado de muestra cumpla con diferencia porcentual relativa (RPD) del 10%, teniendo en cuenta que los RPD pueden variar considerablemente debido a la matriz y concentración de la muestra.
- Llevar los registros de Carta control exactitud M-S-LC-F055 y Carta control precisión M-S-LC-F056 para la determinación de pH.
- Registrar los resultados de cada QC en las cartas de control graficando el valor promedio diario de la concentración de los controles. Cuando los resultados se encuentren entre el límite de alarma y control, revisar todo el procedimiento para determinar que ocurre. Si cualquier dato cae fuera de los límites de control debe ser reexaminado y si es necesario, repetir el análisis de todo el grupo de muestras. No realizar más análisis hasta verificar que sucede; comunicar anomalía al líder de Físico –Química. Revisar e iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el líder lo autorice.
- Tomar las acciones respectivas en el caso que se presenten tendencias de datos en la carta de control, de acuerdo con lo definido en el M-S-LC-I051 Instructivo de Aseguramiento de Calidad Analítica.

8. DESARROLLO

8.1. Principio del método

El principio de la medición electrométrica del pH es la determinación de la actividad de los iones hidrógeno por medición potenciométrica usando un electrodo estándar de hidrógeno y un electrodo de referencia. Debido a las dificultades para usar el electrodo de hidrógeno y al envenenamiento frecuente de este, generalmente se usa un electrodo de vidrio. La fuerza electromotriz (fem) producida en el sistema del electrodo de vidrio varía linealmente con el pH. Esta relación lineal se describe graficando las medidas de la fuerza electromotriz contra el pH de los diferentes buffers. El pH de la muestra se determina por extrapolación.

Debido a que una simple actividad iónica tal como la a_{H^+} no se puede medir, el pH se define operacionalmente en una escala potenciométrica. La medida de pH del instrumento se calibra potenciométricamente con un electrodo de vidrio el cual incluye sonda de corrección automática de temperatura, usando soluciones buffers patrones que tienen un valor de pH determinado.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 4 de 7

$$pH_B = -\text{Log}_{10} a_{H^+}$$

Donde:

pH_B = pH asignado al buffer.

a_{H^+} = actividad del ión hidronio.

La escala de pH operacional que se usa para medir el pH de la muestra se define así:

$$pH_x = pH_B \pm \frac{F(E_x - E_s)}{2,303 RT}$$

Donde:

pH_x = pH de la muestra medida potenciométricamente

F = Faraday: $9,649 \times 10^4$ Coulomb/mol.

E_x = Fuerza electromotriz (fem) de la muestra, V.

E_s = Fuerza electromotriz (fem) del Buffer, V.

R = Constante de los gases; 8,314 Joule/(mol * K).

T = Temperatura absoluta, K.

8.2. Toma y preservación de muestras.

La muestra puede ser tomada en recipiente plástico o de vidrio. Las muestras deben ser analizadas sin ningún tipo de pretratamiento o preservación.

8.3. Limpieza de vidriería y material de campo.

Remitirse al Instructivo de Lavado de Material de vidrio y plástico M-S-LC-015.

8.4. Ejecución de la técnica

8.4.1. Verificación de Rutina

- Verificar que el pH-metro se encuentra conectado a una toma de 110V, y que el electrodo está conectado al equipo. Encender el equipo.
- Verificar el equipo como se describe en el instructivo de manejo del equipo con código M-S-LC-I003 Instructivo Manejo del pH-Metro y registrar los datos en el formato correspondiente
- Lavar el electrodo con agua Tipo II, luego secar con servilleta o un paño.
- Colocar el electrodo en la solución de referencia, evitando que este tenga contacto con las paredes del recipiente. Agitar la solución de referencia suavemente para minimizar el arrastre de dióxido de carbono. Las soluciones de referencia a medir son: 4; 7 y 10 unidades.
- Cuando la lectura sea estable registrar el pH y la temperatura de la solución de referencia en el formato de captura de datos M-S-LC-F018 y registrar el valor en la carta de control exactitud M-S-LC-F055 para la solución de pH 7 unidades. Si los resultados están dentro de los criterios establecidos por el Laboratorio de Calidad ambiental (LCA) del IDEAM, continuar con la lectura de las muestras, de lo contrario, revisar el estado de las soluciones de referencia, del electrodo y realizar nuevamente la verificación del pH-metro y volver a leer.

8.4.2. Medición de pH

- Solicitar las muestras por medio del formato de código M-S-LC-F011.
- Lavar el electrodo con agua Tipo II, luego secar con servilleta o un paño.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 5 de 7

- Transferir una alícuota de la muestra en un vaso e introducir el electrodo evitando que este tenga contacto con las paredes del recipiente. Agitar la muestra suavemente para minimizar el arrastre de dióxido de carbono. La muestra debe estar perfectamente homogenizada y a temperatura ambiente.
- Esperar que la lectura se estabilice.
- Registrar los resultados obtenidos de pH y temperatura para las muestras y su duplicado, en el formato de captura de datos M-S-LC-F018 Formato captura de datos-electrometría
- Calcular el %RPD entre los resultados de los duplicados y reportar el valor en la carta de control precisión M-S-LC-F056.
- Lavar el electrodo con agua Tipo II al terminar el trabajo, y sumergirlo en la solución de almacenamiento. Tener en cuenta las recomendaciones de almacenamiento del equipo de acuerdo al instructivo M-S-LC-I003 Instructivo Manejo del pH-Metro.
- Registrar el uso del equipo en el formato M-S-LC-007. Control diario del uso de equipos.
- Depositar los residuos en la caneca correspondiente.
- Solicitar el lavado del material usado por medio del formato con código M-S-LC-F003.
- Diligenciar el formato recepción de muestras y control de análisis M-S-LC-F002.
- Colocar el formato en la AZ correspondiente de la técnica analítica para la revisión de los resultados del líder físico-químico y el visto bueno de la calidad del resultado.
- Una vez el registro de los resultados es revisado por el Líder físico-Químico y el responsable de calidad, el analista deberá realizar la digitación en la base de datos del IDEAM.

Nota: Para muestras tamponadas o de alta fuerza iónica, condicionar los electrodos después de limpiarlos sumergiéndolos en la muestra durante 1 minuto. Secar e introducir el electrodo en una porción fresca de la misma muestra y leer el pH.

8.5. Formatos

Formato entrega de muestras analistas M-S-LC-F011.

Formato Solicitud de reactivos, vidriería y materiales M-S-LC-F039.

Formato Control diario de manejo del equipo M-S-LC-F007.

Formato carta control exactitud MS-LC-F055.

Formato carta control precisión MS-LC-F056.

Formato captura de datos - electrometría M-S-LC-F018.

Formato Solicitud de lavado de material M-S-LC-F003.

8.6. Cálculos y resultados

La medición del pH es una medida directa por lo tanto se reporta el valor y la temperatura obtenido en el pH-metro.

9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 6 de 7

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 23ed., New York, 2017. Capítulo 4500H+.

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base en la nueva estructura del SGI
02	02/04/2018	Actualización con la versión 23 del Standard Methods
03	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.

ELABORO: Liliana Caicedo González Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	REVISO: Carlos Martín Velásquez Ramírez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	APROBO: Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología
---	---	---

Anexo 1. Diagrama

