

 <b>IDEAM</b> Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B</b>	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 1 de 7

## 1. OBJETIVO

Determinar el pH en la matriz agua por electrometría de forma repetible y confiable con base al método SM 4500 –H<sup>+</sup> B, de acuerdo a las condiciones del 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 a 10 unidades de pH.

Los siguientes son los resultados obtenidos en la validación del método:

	Estándar pH 3.56	Estándar pH 6.86	Estándar pH 9.18	M1	M2
Promedio	3.6	6.9	9.0	4.4	7.9
LC de 95%	0.03	0.06	0.06	0.06	0.08
CV, %	1.4	1.4	1.2	2.5	1.9
Error relativo, %	0.84	-2.96	-0.01		

*\*Los datos de pH analizados por el método electrométrico se pueden reportar con un grado de incertidumbre  $\pm 0.06$  unidades de pH.*

## 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.

**Carta de control:** trazos gráficos de los resultados de las pruebas con relación al tiempo o secuencia de las mediciones, en donde se establecen límites estadísticos, que pueden ser preventivos, de peligro o de acción.

**Fem:** Fuerza electromotriz


**Muestra:** Parte representativa de la materia objeto del análisis.

**mV:** milivoltios.

**Material de referencia:** Medida materializada, instrumento de medición, material de referencia o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para servir de referencia.

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

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

 <p><b>IDEAM</b> Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B</b>	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 2 de 7

**SM:** Standard Methods

#### 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 que reposan en el mueble ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.

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 y en el formato que esta para tal fin.

#### 5. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo; formato M-S-LC-F007.

##### 5.1 Equipos

- pH metro
- Electrodo


##### 5.2 Materiales

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

##### 5.3 Reactivos

Solicite los reactivos y material diligenciando el formato M-S-LC-F039 Formato Solicitud de Reactivos, Vidriería y Materiales

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

 <p><b>IDEAM</b> Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<p><b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B</b></p>	Código: M-S-LC-1023
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 3 de 7

## 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.

## 7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Antes de realizar una medición siempre verificar el pH-metro, y confirmar que la pendiente del electrodo este entre 92 y 102%, cuando aplique según equipo de medición. Adicionalmente analizar una solución de 4,00; 7,00 y 10 unidades y un duplicado de muestra como controles del método, y registre los valores en la carta de control para la determinación del pH.

Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.

Efectúe el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.

Cuando la pendiente no cumple con los límites aceptados, revise todo el procedimiento para determinar que ocurre. No realice los análisis de las muestras hasta verificar que sucede y solucionar el problema, comuníquelo la anomalía al líder de análisis Físicoquímico. Inicie nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis físicoquímico lo ordene.


## 8. DESARROLLO

### 8.1 Principio del método.

El principio básico 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 aH<sup>+</sup> 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.

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

 <p>Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B</b>	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 4 de 7

Donde:

$p_{HB}$  = pH asignado al buffer NIST

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

$$pH_x = p_{HB} \pm F(E_x - E_s)/(2,303 RT)$$

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.

Utilice únicamente el material de vidrio aprobado en el control de calidad, para el lavado de material de vidrio de acuerdo al procedimiento lavado de material.

## 8.4 Ejecución de la técnica

1. Solicitar las muestras por medio del formato de código M-S-LC-F011
2. Solicite al líder de análisis fisicoquímico un formato M-S-LC-F018 Captura de datos – electrometría.
3. Verifique que el pHmetro se encuentra conectado a una toma de 110V, y el electrodo al equipo. Encienda el equipo.
4. 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
5. Lavar el electrodo con agua Tipo II, luego seque con servilleta o un paño.
6. 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: 4,00; 7,00 y 10,00 unidades.
7. 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 en el de la carta de control. Si los resultados están dentro de los criterios establecidos por el Grupo de Laboratorio de Calidad ambiental (GLCA) del IDEAM, continuar con la lectura

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B</b>	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 5 de 7

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. Proceder a realizar la lectura de la muestra, repitiendo el procedimiento efectuado (Paso 6), para la lectura de la solución de referencia.
9. Registrar el pH y la temperatura reportado para las muestras y su duplicado, en el formato de captura de datos.
10. Calcular el porcentaje de la diferencia entre los resultados de los duplicados y reportar el valor en la carta de control
11. 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
12. Registrar el uso del equipo en el formato M-S-LC-007. Control diario del uso de equipos.
13. Depositar los residuos en la caneca correspondiente.
14. Solicitar el lavado del material usado por medio del formato con código M-S-LC-F003.
15. Diligenciar el formato recepción de muestras y control de análisis M-S-LC-F002

### 8.5 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.

Una vez finalizado el análisis de resultados coloque el registro en la AZ de Cadena de control y vigilancia de formatos correspondiente al análisis, la cual es custodiada por el Líder Físicoquímico.

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.

## 9. DIAGRAMA

Ver anexo 1.

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

## 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. 22ed., New York, 2012. Capítulo 4500H+.
- Instructivo Lavado material de vidrio.
- Disposición final de residuos.

 <p><b>IDEAM</b> Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO DETERMINACIÓN DE pH EN AGUA POR EL MÉTODO ELECTROMÉTRICO SM. 4500-H+B</b>	Código: M-S-LC-I023
		Versión : 01
		Fecha: 14/12/2017
		Página: 6 de 7

- Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio
- Manual aseguramiento de calidad.
- verificación y auditoria de datos analíticos
- Lineamientos de control de calidad analítica

## 11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI

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

**Anexo 1. Diagrama**

