1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de turbiedad en agua, por el método nefelométrico SM 2130 B.

2. ALCANCE

Este método de análisis aplica a muestras de aguas residuales domesticas e industriales, aguas superficiales, lluvias y subterráneas.

Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental (LCA) para el recurso hídrico superficial; los rangos de aplicación son: 2.0-1000 NTU.

En la tabla 1 se observan los resultados obtenidos en la validación del método:

Tabla 1. DATOS DE VALIDACIÓN DEL MÉTODO

CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I018 Instructivo de Ensayo Determinación Turbiedad Secados a 103 – 105 ºC			
FECHA DE INFORME DE CONFIRMACIÓN: 21-07-2018			
PARÁMETRO	**VALOR**	**UNIDADES**	**OBSERVACIÓN**
LÍMITE DE DETECCIÓN INSTRUMENTAL	0.01	-	
LÍMITE DE DETECCIÓN MÉTODO	1.5	NTU	
LIMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO	2	NTU	
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE % CV	5,41	%	Nivel de concentración bajo, 5 NTU
	1.84	%	Nivel de concentración medio, 500 NTU
	0,47	%	Nivel de concentración alto, 1000 NTU
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	2.00	%	Nivel de concentración bajo, 5 NTU
	1,42	%	Nivel de concentración medio, 500 NTU
	1,89	%	Nivel de concentración alto, 1000 NTU
	3,62	%	Mc, muestra CALA
INTERVALO DE TRABAJO (Lectura Directa)	2-1000	NTU	Sin dilución de la muestra
INCERTIDUMBRE	0,26	N.A.	

3. DEFINICIONES

NTU = Unidades de turbiedad nefelométrica
LDM = Límite de Detección del Método
S = Desviación estándar
LSA = Límite superior de alarma
LSC = Límite superior de control
LIA = Límite inferior de alarma
LIC = Límite inferior de control

4. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

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 de acuerdo con lo señalado en el instructivo bata, guantes y gafas protectoras.

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

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 EQUIPOS

- Turbidímetro
- Balanza analítica
- Horno

5.1.1. Verificación de Equipos

- Verificar la balanza analítica con las masas antes de realizar cualquier pesaje.
- Verificar que la temperatura del horno se encuentre entre 22 y 28°C, antes de proceder con la determinación del análisis
- Verificar el turbídimetro con los patrones de 0,02, 10 y 1000 NTU que se compran para tal fin.

5.2 REACTIVOS

- Sulfato de hidrazina grado reactivo.
- Hexametilentetramina grado reactivo
- Agua tipo I

5.3 MATERIALES´

- Celdas de vidrio con tapa rosca.
- Balones aforados clase “A” de 50 mL, 100 mL y 200 mL
- Transfer pipeta.
- Espátula pequeña.
- Frasco de almacenamiento de estándar de color ámbar.
- Frasco lavador

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

- La turbiedad puede ser determinada para cualquier muestra de agua que esté libre de desechos y de sedimento que se precipita rápidamente.

- Las celdas sucias o la presencia de burbujas de aire dan resultados falsos. Para corregir el primero se hace necesario que siga el procedimiento de limpieza para las celdas, adicional y que manipule las celdas solamente por la parte superior, evitar ensuciarlas y dejar huellas digitales en el paso de luz.

- El "color verdadero" (es decir, el color del agua debido a las sustancias disueltas que absorben la luz) hace que las turbideces medidas sean bajas. Para corregir este inconveniente se hace necesario filtrar parte de la muestra y leerla como blanco, valor que debe ser sustraído de la lectura de turbiedad final de la muestra.

- Las partículas que consisten en materiales que absorben la luz, como el carbón activado, provocan una interferencia negativa

- Una causa adicional a las discrepancias en el análisis de turbiedad es la utilización de suspensiones de diferentes tipos de material particulado para la calibración de los instrumentos. Como las muestras de agua, las suspensiones preparadas tienen diferentes propiedades ópticas dependiendo de la distribución del tamaño de las partículas, la forma y los índices de refracción. Una suspensión estándar de referencia tiene reproducibilidad en las propiedades de dispersión de la luz para la calibración de los equipos.

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.

Tabla 2. CONTROL DE CALIDAD MÉTODO 2130 B.

Calibración o Estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del Método (MB)	Blanco Fortificado En Laboratorio (LFB)	Duplicado	Blanco Fortificada En Laboratorio (LFB)
X	X	-	-	-	-

Tomado del SM Tabla 2020: II. (- indica que un tipo de control de calidad no es obligatorio para el método)

- Realizar un blanco diariamente o por cada lote de 20 muestras, lo que sea más frecuente. El valor obtenido debe ser menor o igual a la mitad del límite de cuantificación del método, de no obtener el valor anterior se debe proceder al re-análisis del lote de muestras.
- Realizar el duplicado de una muestra al azar. Incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente o con cada lote de 20.

- Llevar la carta control para los duplicados de las muestras analizadas.
- Diligenciar el tiempo de análisis y firmar el formato
- Entregar el formato para verificación.
- En forma paralela, con cada grupo o lote de muestras que se procese en un mismo día, realizar los controles antes descritos (500 NTU) preparados como está descrito en el numeral 8.4.1 Si los resultados de estos controles están dentro del nivel de control, registrar las concentraciones obtenidas en la carta de control del método. Graficar el resultado obtenido para el estándar contra la fecha en que se corrió. Verificar el estándar de control, si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse el procedimiento de filtración, análisis o el analito de control.
- Dos veces al año se analizan muestras ciegas, de muestras certificadas internacionalmente que permiten evaluar la reproducibilidad, precisión y exactitud interlaboratorios.
- Llevar los registros de las concentraciones recuperadas de los estándares en la carta de control para sólidos totales. Registrar las iniciales del analista y la fecha de análisis en las casillas correspondientes y graficar el valor de cada estándar. 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. No realizar más análisis hasta verificar que sucede, comunicar la anomalía al líder de análisis y revisar, iniciar nuevamente la marcha analítica cuando el líder de análisis lo ordene.

8. DESARROLLO

8.1 PRINCIPIO

Este método se basa en una comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra en condiciones definidas con la intensidad de la luz dispersada por una suspensión de referencia estándar en las mismas condiciones. Cuanto mayor sea la intensidad de la luz dispersa, mayor será la turbidez.

La turbiedad en el agua es causada por materia suspendida y coloidal tal como arcilla, sedimento, materia orgánica e inorgánica dividida finamente, plancton y otros microorganismos microscópicos. La turbiedad es una expresión de la propiedad óptica que hace que la luz se disperse y absorba en lugar de transmitirse sin cambio de dirección o nivel de flujo a través de la muestra. La correlación de la turbiedad con el peso o concentración del número de partículas de material suspendido es difícil debido a que el tamaño, forma e índice de refracción de las partículas afecta las propiedades de dispersión de la luz de la suspensión.

Los turbidímetros con detectores de luz dispersa localizada a 90° del haz incidente son llamados nefelómetros. Su precisión, sensibilidad y aplicabilidad sobre un rango de turbiedad amplio hace que el método nefelométrico sea preferible a los métodos visuales. El reporte de los resultados de las mediciones nefelométricas se hace como unidades de turbiedad nefelométrica (NTU).

8.2 TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

Determinar la turbiedad tan pronto como sea posible después de tomar la muestra. Agitar suavemente todas las muestras antes del análisis para asegurar una medida representativa. La preservación de la muestra no es práctica; comenzar el análisis de inmediato. Refrigerar o enfriar a 4 °C, para minimizar la descomposición microbiológica de los sólidos, si se requiere almacenamiento. Para obtener los mejores resultados, medir la turbiedad inmediatamente sin alterar las condiciones originales de la muestra, como la temperatura o el pH.

Evite las diluciones siempre que sea posible. Las partículas suspendidas en la muestra original pueden ser disueltas o de otro modo cambiadas en sus características cuando la temperatura varía o cuando la muestra es diluida.

8.3 LIMPIEZA DE VIDRIERÍA

Las celdas de vidrio se deben someter por dentro y por fuera a un lavado completo con jabón neutro y enjuagues múltiples con agua desionizada. No dejar las celdas secas para evitar su incrustación y manchado, después de su uso enjuagar .Llenar con agua tipo I, tapar y colocar en la caja dispuesta para esto al lado del turbidímetro.

8.4 EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA

8.4.1 Procedimiento de Preparación de Estándares

- **Solución I:** disolver 1,000 g de sulfato de hidracina $(NH_2)_2{*}H_2SO_4$, en aproximadamente 50 mL de agua tipo I y llevar completar a volumen de 100 mL.
- **Nota:** el sulfato de hidracina es cancerígeno; evite su inhalación, ingestión, y contacto con la piel. Las suspensiones de hidracina pueden contener sulfato de hidracina residual.
- **Solución II:** disolver 10,00 g de hexametilentetramina, $(CH_2)_6N_4$, en aproximadamente 50 mL de agua tipo I y llevar completar a volumen de 100 mL.

  Solución Stock de turbiedad 4000 NTU: se prepara una solución (1:1) con las soluciones de sulfato de hidracina y hexametil tetramina, homogenizar bien y llevar a volumen. Después, transferir la mezcla a un frasco de color ámbar. Dejarlo en horno a 25 ± 3,0 °C durante 24 horas.

Estándar de Control de 100 NTU: con agitación continua, tomar 2.5 mL del estándar de 4000 NTU en un balón de 100 mL y completar a volumen con agua tipo I.

Estándar de Control de 10 NTU: con agitación continua, tomar 250 µL del estándar de 4000 NTU en un balón de 100 mL y completar a volumen con agua tipo I

8.4.2. Procedimiento de Análisis

- Calibrar el equipo siguiendo las instrucciones del Instructivo Manejo Turbidimetro Turbiquant 1500T M-S-LC-I007.
- Permitir que las muestras alcancen la temperatura ambiente antes de realizar la lectura.
- Agitar las muestras en sus recipientes para homogeneizar la suspensión.
- En una celda perfectamente limpia, adicionar muestra y realizar purga tres (3) veces con la muestra a determinar.
- Agitar la muestra y adicionar cuidadosamente en la celda de tal manera que no forme burbujas. Tapar la celda y limpiar verificando que esta seca y libre de contaminantes externa antes de realizar la lectura.
- Colocar la celda con muestra en el portacelda, verificar que la celda entra hasta el fondo y hacer coincidir la marca blanca que tiene el caucho que viene con la celda, con la marca que se encuentra en la parte superior derecha del equipo, antes de realizar la lectura.
- Esperar hasta que estabilice la lectura y registrar el valor máximo obtenido en el formato Formato Captura de Datos Turbidimetría M-S-LC-F020.
- Si la lectura de la muestra se sale del rango de trabajo, realizar una dilución evitando realizar al máximo la dilución de la muestra, ya que las partículas suspendidas en la muestra original pueden ser disueltas o cambiar sus características.
- Retirar la celda, desechar la muestra, enjuagar tres (3) veces con agua tipo I antes de realizar la siguiente lectura.
- Al finalizar el ensayo, lavar la celda con agua de la llave y luego repetidas veces con agua tipo I.
  Nota: no dejar la celda seca para evitar incrustaciones y manchas. Llenar la celda con agua tipo I, tapar y guardar en el sitio designado para ello.
- Entregar el formato para el control de calidad y archivo de la información analítica.

8.4 CÁLCULO DE RESULTADOS

Para las muestras a las que el turbidímetro muestra el valor de lectura dentro del rango de su escala, no se necesita hacer cálculo de resultados, reportar el valor que aparece en la pantalla del equipo.

Para las muestras que necesitan dilución, realizar los cálculos por medio de la siguiente ecuación:

$$\text{Lectura f (NTU)} = \text{Lectura i (NTU)} * \text{F.D.}$$

Donde:

Lectura i = Lectura en la pantalla del equipo
F.D. = Factor de dilución:

9 DIAGRAMA

Ver Anexo 1

10 DOCUMENTOS DEREFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 2130 B 23 ed., 2017 New York.

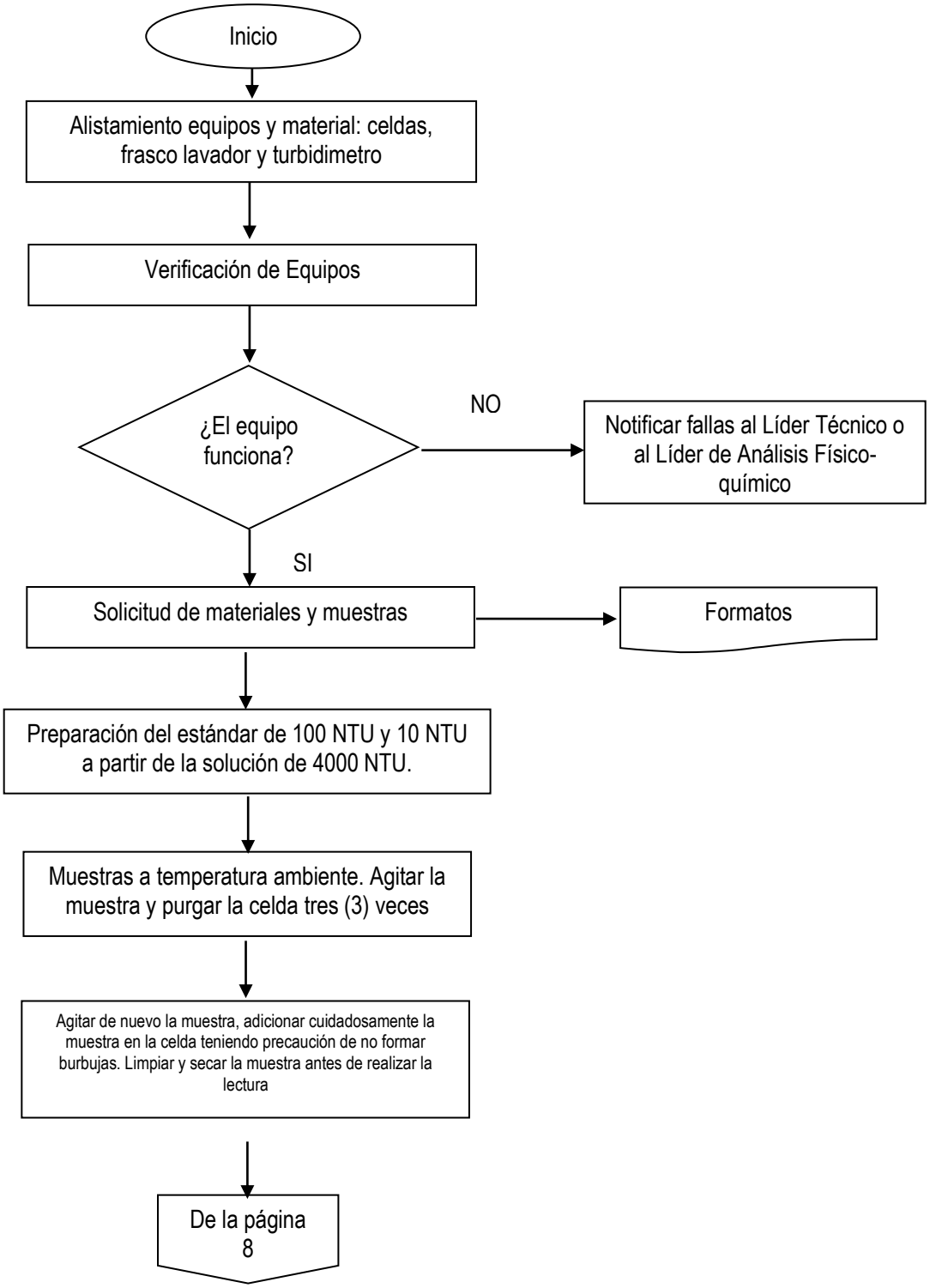
- Instructivo Lavado material de vidrio.
- Disposición final de residuos.
- Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio
- Aseguramiento de calidad.
- Verificación y auditoria de datos analíticos
- Aseguramiento de control de calidad analítica
- Solicitud de muestras para análisis
- Solicitud de reactivos, vidriería y materiales
- Rótulos de reactivos

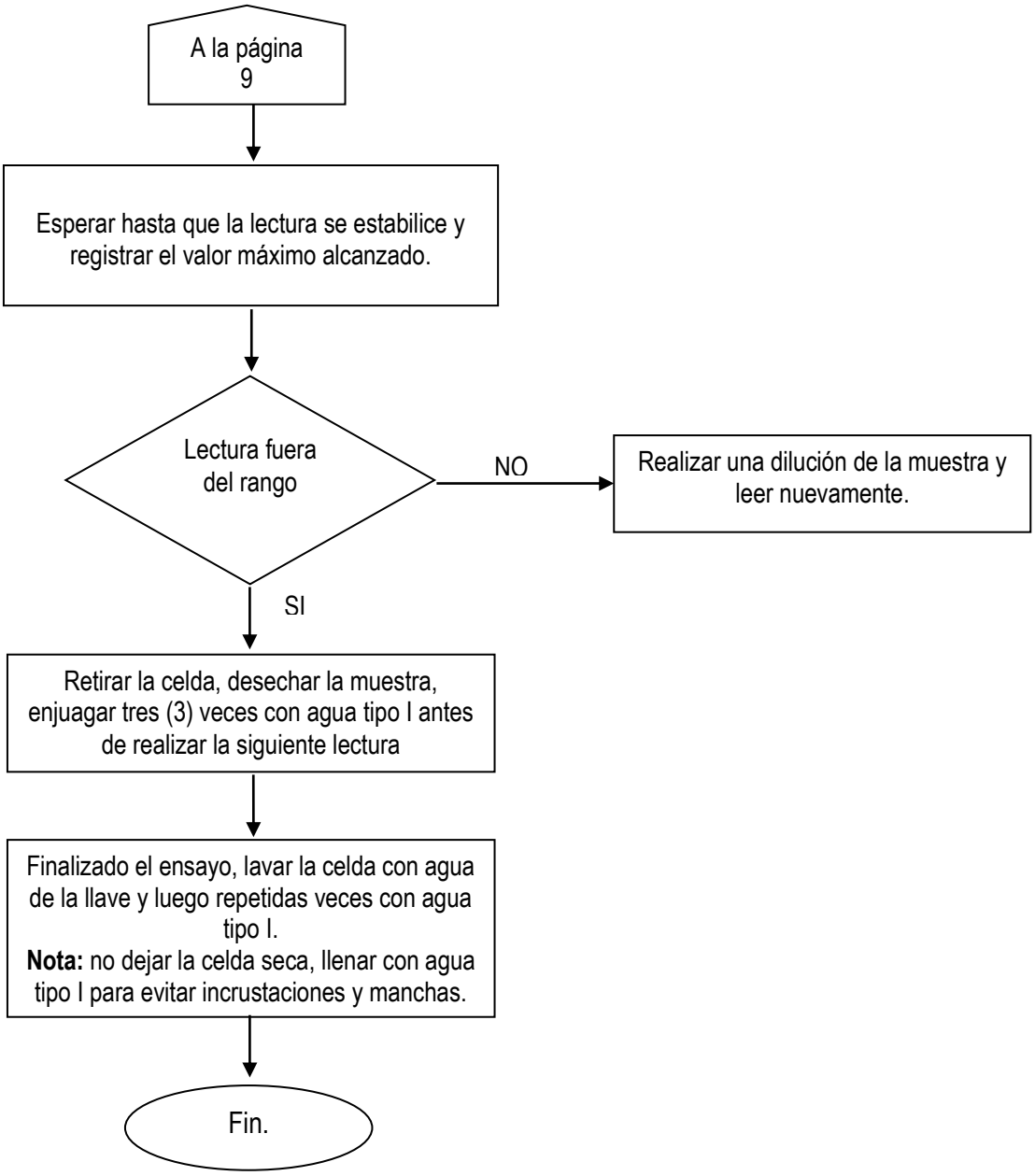
11 HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	02/06/2018	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Elaborado por Adriana Dueñas Moreno

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
Adriana Dueñas Moreno Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Carlos Martín Velásquez Martínez** Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Nelson Omar Vargas Martínez** Subdirector de Hidrología

ANEXO 1. Diagrama




A la página 9
Esperar hasta que la lectura se estabilice y registrar el valor máximo alcanzado.
Lectura fuera del rango
NO
Realizar una dilución de la muestra y leer nuevamente.
SI
Retirar la celda, desechar la muestra, enjuagar tres (3) veces con agua tipo I antes de realizar la siguiente lectura
Finalizado el ensayo, lavar la celda con agua de la llave y luego repetidas veces con agua tipo I.
Nota: no dejar la celda seca, llenar con agua tipo I para evitar incrustaciones y manchas.
Fin.