



TÍTULO: **TURBIEDAD POR NEFELOMETRÍA (METODO B)**

CÓDIGO: TP0443

VERSIÓN: 01

FECHA ÚLTIMA REVISIÓN:

COPIA N°: _____

ELABORADO POR:

TANIA MILENA CARPIO GALVAN
QUÍMICA

REVISADO POR:

GUSTAVO ALFONSO COY
QUÍMICA U.N.

APROBADO POR:

MARTA ELENA DUQUE S.
Coordinadora del Grupo Laboratorio de Calidad
Ambiental

* Este documento debe ser revisado por lo menos cada dos años



1. INTRODUCCIÓN

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 causa la luz al ser dispersada y absorbida en vez de transmitida sin cambios en la dirección del nivel de flujo a través de la muestra: en otras palabras, es la propiedad óptica de una suspensión que hace que la luz sea reemitida y no transmitida a través de la suspensión. A mayor intensidad de dispersión de la luz, la turbiedad será mayor. 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. La determinación de turbiedad es de gran importancia en aguas para consumo humano y en un gran número de industrias procesadoras de alimentos y bebidas.

Los valores de turbiedad sirven para establecer el grado de tratamiento requerido por una fuente de agua cruda, su filtrabilidad y consecuentemente, la tasa de filtración más adecuada, la efectividad de procesos de coagulación, sedimentación y filtración, así como para determinar la potabilidad del agua.

El método normalizado para la determinación de turbiedad se ha realizado con base en el turbidímetro. La mayoría de los turbidímetros comerciales diseñados para medir baja turbiedad dan comparativamente buenos resultados de intensidad de luz dispersa en una dirección particular, predominantemente en ángulos rectos de luz incidente. 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). El rango de lectura del turbidímetro utilizado en el Laboratorio se encuentra entre 0 NTU y 10.000 NTU, sin embargo el intervalo de trabajo va desde 2,0 hasta 1750 NTU. Este método se aplica en este laboratorio para el análisis de todo tipo de aguas y está estandarizado con un intervalo de aplicación entre 2.0 y 8750 NTU

2. DEFINICIONES

| | |
|-----|--|
| NTU | = Unidades de turbiedad nefelométrica |
| LDM | = Límite de Detección del Método (comprende el límite de cuantificación) |
| S | = Desviación estándar |
| LSA | = Límite superior de alerta |
| LSC | = Límite superior de control |
| LIA | = Límite inferior de alerta |
| LIC | = Límite inferior de control |

3. SALUD Y SEGURIDAD LABORAL.

Debido a que esta metodología de análisis involucra reactivos clasificados como nocivos, inflamables, tóxico y cancerígeno, se hace necesario la utilización de implementos de seguridad



básicos (bata, zapatos antideslizantes, gafas y guantes) y, **respirador con cartuchos protectores para vapores orgánicos**.

Adicionalmente se hace necesario seguir las recomendaciones para desarrollar las actividades en el Laboratorio. Ver Instructivo General de Seguridad y Salud ocupacional (IS0174), Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio (MS0165), hojas de seguridad de los reactivos utilizados en esta técnica.

4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

- La turbiedad puede ser determinada para cualquier muestra de agua que esté libre de partículas y de sedimento gruesos que se sedimentan rápidamente.
- La celda sucia o la presencia de burbujas de aire dan resultados falsos. Es necesario que siga el procedimiento de limpieza para las celdas, (Numeral 8 de este PSO) adicional y que manipule las celdas solamente por la parte superior para evitar ensuciarlas y dejar huellas digitales en el paso de luz.
- La presencia de sustancias disueltas causantes de color que absorben la luz pueden causar interferencia negativa. Puede ser necesario trabajar en la condición instrumental RATIO ON

•

5. RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

Tabla 1. Parámetros de validación de la determinación de Turbiedad.

| PARÁMETRO | VALOR | UNIDADES | OBSERVACION |
|--|-----------|----------|--|
| LIMITE DE DETECCIÓN (LDM) | 2,0 | NTU | Corresponde al límite de cuantificación. |
| PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV | 2,7 | % | Std bajo 2.0 NTU |
| | 3,2 | % | Std alto 1.000 NTU |
| EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO | -6,8 | % | Std bajo 2.0 NTU |
| | 0,4 | % | Std alto 1.000 NTU |
| | -13,3 | % | Muestra Certificada |
| RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa) | 2.0-1.750 | NTU | Sin dilución de la muestra. |
| INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO | 2.0-8.750 | NTU | Con una dilución máxima de 5 |
| RECUPERACION EXPRESADO COMO % | NA | % | Muestra adicionada baja-M1Ab |
| | NA | % | Muestra adicionada alta -M1Aa |

6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- No se requiere la preservación química de la muestra.
- Almacene la muestra en frasco plástico perfectamente limpio.
- Refrigere a 4°C, para minimizar la descomposición microbiológica de los compuestos orgánicos. Las partículas suspendidas en la muestra original pueden ser disueltas o de otro modo cambiada en sus características cuando la temperatura varía o cuando la muestra es diluida.



7. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

7.1 EQUIPO

- Turbidímetro marca Merck, modelo Turbiquant 3000T, rango de lectura 0,00 – 10.000 NTU.
- Balanza analítica Mettler Toledo, modelo AG204, resolución de 0,1 mg.

7.2 MATERIALES

- Celdas de vidrio con tapa rosca.
- Balones aforados clase “A” de 100 mL, 200 mL, 250 mL, 500 mL y 1000 mL.
- Espátula pequeña.
- Frasco de almacenamiento de estándar de color ámbar.
- Frasco lavador

7.3 REACTIVOS

- Sulfato de hidrazina grado reactivo.
- Hexametilentetramina grado reactivo
- Agua destilada
- Agua ultrapura.
Suspensión patrón primario de 4000 NTU. Transferir suspensión stock para almacenamiento a un frasco de vidrio color ámbar. La suspensión stock es estable hasta por un año cuando es almacenada apropiadamente.
- Suspensiones diluidas de turbiedad. Transfiera las suspensiones de trabajo a frascos de vidrio ámbar. Reemplácelos cuando su tiempo exceda la vida útil (aproximadamente 6 meses). No todos los estándares secundarios tienen que ser descartados cuando un estándar primario (suspensión stock) muestra que su valor de turbiedad ha cambiado

8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERÍA

Los materiales de preparación de estándares deben seguir el procedimiento estándar de operación de lavado de material TP0125 en lo concerniente al lavado general sin ácidos.

Las celdas de vidrio se deben someter por dentro y fuera a un lavado completo con jabón de laboratorio y enjuagues múltiples con agua desionizada no dejarlas secar para evitar su incrustación y manchado, después de su uso enjuagar, llenar con agua destilada y tapar.

9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES

Lleve a cabo esta preparación en la cabina de extracción de vapores orgánicos.

9.1 SUSPENSIÓN PATRON DE FORMAZINA

Solución I: disuelva 1,000 g de sulfato de hidracina $(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$, en aproximadamente 50 mL de agua ultrapura.

| | | | |
|--|---|------------------|-------------|
|  | Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia | | |
| | SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO PROGRAMA DE FÍSICOQUÍMICA AMBIENTAL | | |
| | Código:TP0443 | Fecha: 15-Jun-07 | Versión: 01 |
| TURBIEDAD POR NEFELOMETRÍA EN EL EQUIPO TURBIQUANT 3000 T | | | |

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: disuelva 10,00 g de hexametilentetramina, $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$, en aproximadamente 50 mL de agua ultrapura.

Mezcle las soluciones I y II un balón clase A de 200 mL y mezcle cuidadosamente y lleve a volumen. Transfiera la solución a un frasco color ámbar. Deje estabilizar por 24 horas a $25 \pm 3,0$ °C.

9.2 SUSPENSIONES ESTÁNDARES DE CALIBRACIÓN

9.2.1 Suspensión Estándar de 1750 NTU

Solución I: disuelva 0,4375 g de sulfato de hidracina $(\text{NH}_2)_2^*\text{H}_2\text{SO}_4$, en aproximadamente 50 mL de agua ultrapura

Solución II: disuelva 4,3750 g de hexametilentetramina, $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$, en agua 50 mL de agua ultrapura

Mezcle las soluciones I y II un balón clase A de 200 mL y mezcle cuidadosamente y lleve a volumen. Transfiera la solución a un frasco color ámbar. Déjelo por 24 horas a $25 \pm 3,0$ °C.

9.2.2 Suspensión Estándar de 100 NTU

Con agitación continua del estándar de 4.000 NTU mida 5 mL y adiciónelo en un balón clase A de 200 mL, lleve a volumen con agua ultrapura.

9.2.3 Suspensión Estándar de 10 NTU

Con agitación continua del estándar de 100 NTU mida 20 mL con una pipeta y adiciónelo en un balón clase A de 200 mL., lleve a volumen con agua ultrapura.

9.3 SUSPENSIONES ESTÁNDAR DE CONTROL

9.3.1 Suspensión Estándar de 500 NTU

Con agitación continua del estándar patrón de 4.000 NTU mida 25 mL con una pipeta y adiciónelo en un balón clase A de 200 mal, lleve a volumen con agua ultrapura.

9.3.2 Suspensión Estándar de 50 NTU

Con agitación continua del estándar de 500 NTU mida 20 mL con una pipeta y adiciónelo en un balón clase A de 200 mal, lleve a volumen con agua ultrapura.

| | | | |
|--|---|------------------|-------------|
|  | Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia | | |
| | SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL | | |
| | Código:TP0443 | Fecha: 15-Jun-07 | Versión: 01 |
| TURBIEDAD POR NEFELOMETRÍA EN EL EQUIPO TURBIQUANT 3000 T | | | |

NOTA: Los estándares con turbiedades mayores de 100 NTU, son estables durante seis meses, mientras que los estándares de 50 y 10 NTU deben ser preparados semanalmente y el de 2 NTU debe prepararse todos los días.

10. PROCEDIMIENTO DE ANALISIS

10.1 MARCADO Y ALINEACIÓN DE LA CELDA

Antes de utilizar por primera vez las celdas estas deben estar demarcadas, de forma tal que permita realizar mediciones con un menor porcentaje de error causado por la no uniformidad del material de la celda. Para realizar este marcado siga instrucciones del instructivo T10441 (SECCIÓN 2.2).

10.2 PREPARACIÓN DEL EQUIPO

- Encienda el equipo de medición
- Deje calentar el equipo durante 30 minutos.

10.3 PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN

Para una calibración óptima en el rango total de medición del instrumento, el equipo solicita los siguientes estándares: 0.02, 10, 100, 1750 y 10000 NTU. En este procedimiento se calibrará hasta la suspensión estándar de 1.750 NTU. Reemplace el estándar de 0.02 NTU por un blanco, (agua ultrapura).

El equipo solicitará las suspensiones estándares de calibración en el siguiente orden:

0.02 – 1750 – 10000 – 100 – 10 - 0.02.

Siga los siguientes pasos para realizar la calibración.

- En el modo de medición normal, presione la tecla \uparrow o \downarrow hasta que el indicador CAL aparezca en el lado derecho del display.
- Presione \downarrow
- En la zona baja del display, el instrumento le pregunta si va a insertar el estándar de calibración de 0.02 NTU.
- Durante la calibración, los símbolos CAL y STORE se encienden. La línea baja del display muestra el ciclo de medición programado hasta el final de la calibración.
-
- En la zona baja del display, el instrumento indica que inserte el estándar de calibración de 0.02 NTU o BLANCO que es Agua Ultrapura
- Inserte el estándar de calibración 0.02, alinee la celda
- Presione la tecla enter (\downarrow). Espere hasta que la lectura del primer punto finalice y aparecen en forma rápida 2 resultados, debe anotar el segundo.
- El equipo solicitará el siguiente estándar de calibración que es de concentración 1750 NTU seleccionado en el programa de calibración.



- Inserte este estándar, alinee la celda.
- Presione la tecla enter (↵), espera la lectura de este y anote el segundo resultado.
- El equipo indica que inserte el estándar de 10000 o 10.0 k este se debe saltar presionando la tecla ↑o↓. Enseguida en el display aparece que inserte el estándar de 100NTU.
- Inserte el estándar de 100.0 NTU, alinee la celda.
- Presione enter (↵).Espere la segunda lectura anote.
- El equipo indicará que inserte el estándar de 10.0 NTU, alinee la celda.
- Presione Enter (↵). Espere la segunda lectura y anote.
- El equipo indicará que inserte el estándar de 0.02 NTU.
- Inserte el estándar de 0.02 NTU (Agua ultrapura), alinee la celda.
- Presione Enter (↵). Espere que aparezca en la pantalla END.
- Es el final de la calibración confirme con Enter (↵)
- El instrumento retorna al modo de medición, el símbolo AUTO es mostrado en el display al lado izquierdo.

10.4 MEDICIÓN DE ESTANDARES Y MUESTRAS

- Deje que las muestras lleguen a temperatura ambiente.
- Agite las muestras en sus recipientes.
- En una celda perfectamente limpia, adicione muestra y tápela, purgue y deseche su contenido. Repita la operación.
- Adicione cuidadosamente la muestra en la celda de tal manera que no forme burbujas. Tape la celda, enjuáguela, séquela y límpiela de tal manera que no quede suciedad, ni motas en sus paredes externas.
- Coloque la celda con muestra en el portacelda, asegúrese que la celda entra hasta el fondo del portacelda..
- Alinee la celda.
- Espere respuesta después de 6 segundos. TP0349
- Registre el dato en el formato de Captura FT0349.
- Retire la celda, deseche la muestra, enjuáguela 3 veces con agua destilada, sacúdala.
- Al finalizar la lectura de muestras llene la parte inferior del formato de Captura FT0349 (Firma del analista, Tiempo total de análisis.)
- Diligencie el formato de uso del turbidímetro y ubique el valor experimental de los estándares leídos como muestras en las cartas de control correspondientes.
- Entregue el formato para el control de calidad y archivo de la información analítica.

| | | | |
|--|---|------------------|-------------|
|  | Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia | | |
| | SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO PROGRAMA DE FÍSICOQUÍMICA AMBIENTAL | | |
| | Código: TP0443 | Fecha: 15-Jun-07 | Versión: 01 |
| TURBIEDAD POR NEFELOMETRÍA EN EL EQUIPO TURBIQUANT 3000 T | | | |

10.5 NOTA A TENER EN CUENTA DURANTE EL ANÁLISIS:

- Evite al máximo la dilución de la muestra y no realice una dilución mayor de 5. Si el valor de la lectura es superior a 1.750 NTU, se hace necesario diluirla. Para ello, primero pruebe con un factor de dilución (FD) equivalente de 2.
- Cuando la muestra presente interferencia por color (Muestra oscura) introduzca la muestra en el portacelda, deje que la lectura se establezca y presione la tecla ↑ o ↓ hasta que aparezca SETUP en el lado derecho del display. Presione ↵, presione nuevamente la tecla ↵. Para cambiar al menú RATIO, presione las teclas ↑ o ↓ y seleccione ON.

Presione dos veces la tecla ←, aparece END. Presione ↵. El equipo retornará a modo normal (auto parte superior izquierda de la pantalla) y corregirá la lectura.

- En la parte inferior aparece RATIO NTU .
- En esta condición el equipo hace la lectura corregida por el color. Registrar este dato en el formato TP0349
- Ahora es necesario regresar al menú (auto) normal (es decir el equipo debe pasar a RATIO OFF).
- La ruta a seguir es:
- Regrese al SEPTUP con ↓o↑ (flechas verticales).
- Oprima la tecla Enter ↵ dos veces en forma sucesiva, para que aparezca RATIO wn la pantalla.
- Seleccione RATIO OFF con la ayuda de las teclas ↓o↑.
- Oprima la tecla Enter ↵ para llevar a END y oprima nuevamente tecla para que el equipo quede en las condiciones “normales”.

11. 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. Para las muestras que son necesario diluirlas, se debe registrar el valor de lectura f (NTU) como:

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

12. CONTROL DE CALIDAD (CC) Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

En forma paralela, con cada grupo o lote de muestras que se procese en un mismo día, leer los controles de 50 y 500 NTU, preparados como está descrito en el numeral 9.2 de éste PSO. Si los resultados de estos controles están dentro de los límites de control, registre los resultados en las cartas de control del método junto con la fecha del análisis.

Si el resultado cae fuera de los límites de control informe al líder de análisis F.Q. y/o al oficial de calidad.

Registre el dato a reportar con dos cifras significativas. Si el valor es mayor de 1000NTU reporte con tres cifras significativas.

| | | | |
|--|---|------------------|-------------|
|  | Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia | | |
| | SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO PROGRAMA DE FISICOQUÍMICA AMBIENTAL | | |
| | Código:TP0443 | Fecha: 15-Jun-07 | Versión: 01 |
| TURBIEDAD POR NEFELOMETRÍA EN EL EQUIPO TURBIQUANT 3000 T | | | |

Cuando un estándar de trabajo varíe en su lectura puede tomar las siguientes medidas:
 Revise el estado de la celda: limpieza, ausencia de motas, transparencia.

Mire la apariencia del estándar después de la agitación: si el estándar no se ve como una suspensión homogénea, sino con una especie de pequeños filamentos, deseche el estándar enjuague la celda, reemplácelo por el mismo estándar almacenado adecuadamente, después de haber purgado dos veces la celda.

13. REFERENCIA

- APHA, AWWA, WEF. (1998). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th edition. p. 2-8:2-11.
- Guía para la Elaboración de Procedimientos Estándar de Operación (PSO) y Procedimientos Relacionados. Documento PC0007. Versión 2.
- ROMERO, R. Jairo Alberto "Calidad del Agua". Editorial escuela de Ingeniería 2002.