


MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO

**AGUAS DE CONSUMO HUMANO,
VIGILANCIA Y
CONTROL DE CALIDAD**





© Soraya Paz Montelongo
Carmen Rubio Armendáriz
Ángel J. Gutiérrez Fernández
Consuelo Revert Gironés
Dailos González-Weller
José M. Caballero Mesa
Arturo Hardisson de la Torre

ISBN: 978-84-09-03945-6
Depósito legal: TF 678-2018
Primera edición

Imprime Imprinta Estrella Nicar

Diseño y maquetación Imprinta Estrella Nicar



Autores

Soraya Paz Montelongo

Carmen Rubio Armendáriz

Ángel J. Gutiérrez Fernández

Consuelo Revert Gironés

Dailos González-Weller

José M. Caballero Mesa

Arturo Hardisson de la Torre

Índice de contenidos

PRESENTACIÓN	3
NORMAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO	5
MATERIAL DE LABORATORIO	9
PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES	13
PRÁCTICA 1. Determinación potenciométrica de fluoruro en aguas de consumo	17
PRÁCTICA 2. Determinación de la materia orgánica total en agua mediante volumetría de oxidación-reducción	21
PRÁCTICA 3. Determinación de cloruros en aguas de consumo mediante el Método de Möhr	25
PRÁCTICA 4. Determinación de carbonatos y bicarbonatos en aguas de consumo	29
PRÁCTICA 5. Determinación espectrofotométrica de fosfatos en aguas de consumo	33
PRÁCTICA 6. Determinación espectrofotométrica de nitratos en aguas de consumo	37
PRÁCTICA 7. Determinación espectrofotométrica de nitritos en aguas de consumo	41
PRÁCTICA 8. Determinación espectrofotométrica de cromo hexavalente en aguas de consumo	45
PRÁCTICA 9. Determinación gravimétrica de residuo seco del agua de consumo	49
PRÁCTICA 10. Determinación de la dureza total del agua de consumo	53
Anexo I. Valores de ingesta recomendada y máxima	58
Anexo II. Valores paramétricos de las aguas de consumo humano fijados por el RD	58
Anexo III. Tabla periódica	59
Abreviaturas	61

Presentación

El agua es un recurso indispensable para la vida. Aproximadamente, dos tercios del cuerpo humano están compuestos por agua, siendo necesaria para los procesos metabólicos del mismo.

Aunque el agua supone en torno a un 71% de la superficie de la corteza terrestre, casi la totalidad de la misma es agua salada que, consecuentemente, no puede ser usada directamente.

Una parte minoritaria es agua dulce, apta para el consumo humano.

Sin embargo, a pesar de que el agua es un recurso vital, ésta puede ser un vehículo de contaminantes y una vía de transmisión de enfermedades. Por ese motivo, es necesario garantizar la máxima calidad de las aguas destinadas a consumo humano.

Este manual va dirigido a alumnos de la asignatura de “Aguas de Consumo Humano. Vigilancia y Control de Calidad” del Máster de Seguridad y Calidad de los Alimentos de la Universidad de La Laguna (ULL).

En primer lugar, se recogen las normas de laboratorio a seguir por parte del alumnado para garantizar la seguridad dentro del laboratorio.

A continuación, se encuentra el material de laboratorio más común, para que el alumnado se familiarice con el material que posteriormente usará en cada una de las prácticas.

Seguidamente, se establecen indicaciones para la preparación de disoluciones.

El presente manual contiene 10 prácticas de laboratorio diseñadas para que los alumnos adquieran destrezas y habilidades en la determinación de parámetros físico – químicos en aguas de consumo humano.

Cada práctica consta de una breve introducción y los objetivos, así como el material y los reactivos necesarios, el procedimiento a seguir y, por último, unas cuestiones que el alumnado deberá responder para asegurar el entendimiento de la práctica realizada.

Por último, se incluyen diversos anexos, como el Anexo I en el que se encuentran los valores de ingesta recomendada y máxima de diferentes elementos determinados en las prácticas. El Anexo II, que recoge los valores paramétricos establecidos en el Real Decreto 140/2003, de 7 de febrero, por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano. Y, por último, el Anexo III que contiene una tabla periódica.

La información y el material que contiene este manual son de gran utilidad especialmente para el profesorado de la Universidad de La Laguna, aunque puede ser usado por el alumnado como información complementaria.





**Normas de
Seguridad en el
Laboratorio**

Normas de Seguridad en el Laboratorio

Las normas de seguridad en el laboratorio son normas necesarias para evitar accidentes durante el trabajo experimental. Aunque en las prácticas que se recogen en este manual la peligrosidad no es alta, siempre es necesario considerar ciertos aspectos.

En primer lugar, hay que considerar que, generalmente, los accidentes en un laboratorio se deben a fuegos incontrolados, contacto con productos químicos peligrosos (tóxicos, corrosivos, irritantes, etc.) o daños mecánicos (explosiones, cortes, quemaduras, etc.).

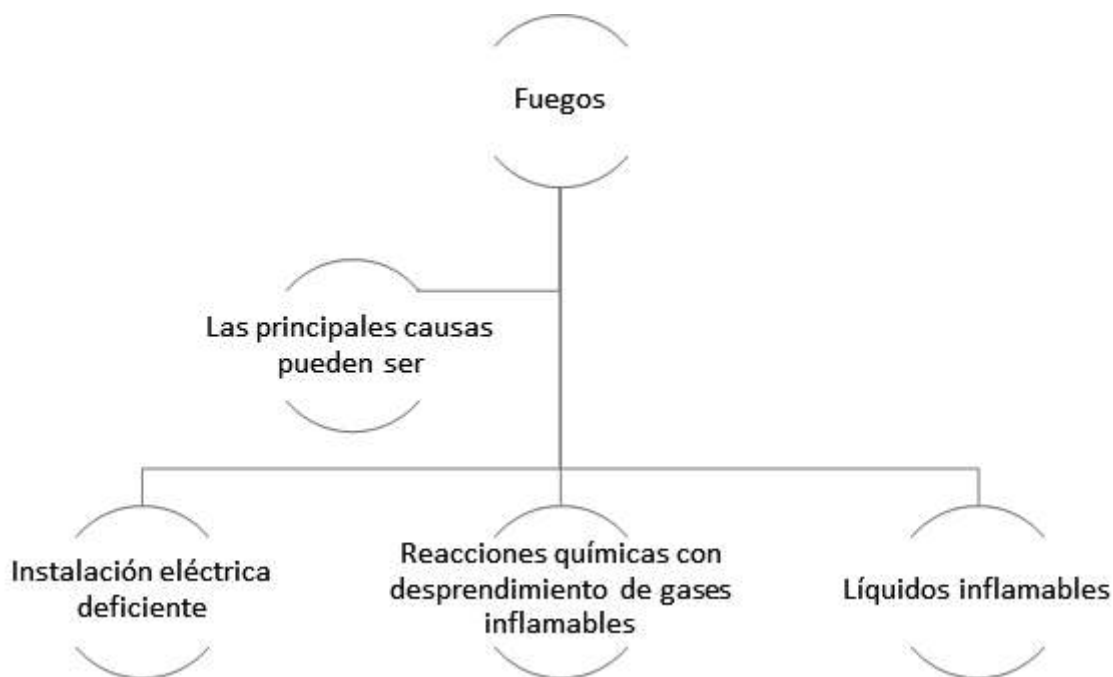


Figura 1. Principales causas del origen de fuegos dentro de un laboratorio.

Es de vital importancia que el laboratorio cuente con extintores de incendios y que las salidas del laboratorio se encuentren libres. Por ese motivo, a la entrada en el laboratorio, las pertenencias personales (libros, mochilas, bolsos, etc.) deberán colocarse en un lugar alejado de las mesas de trabajo de modo que no entorpezca en el trabajo experimental.

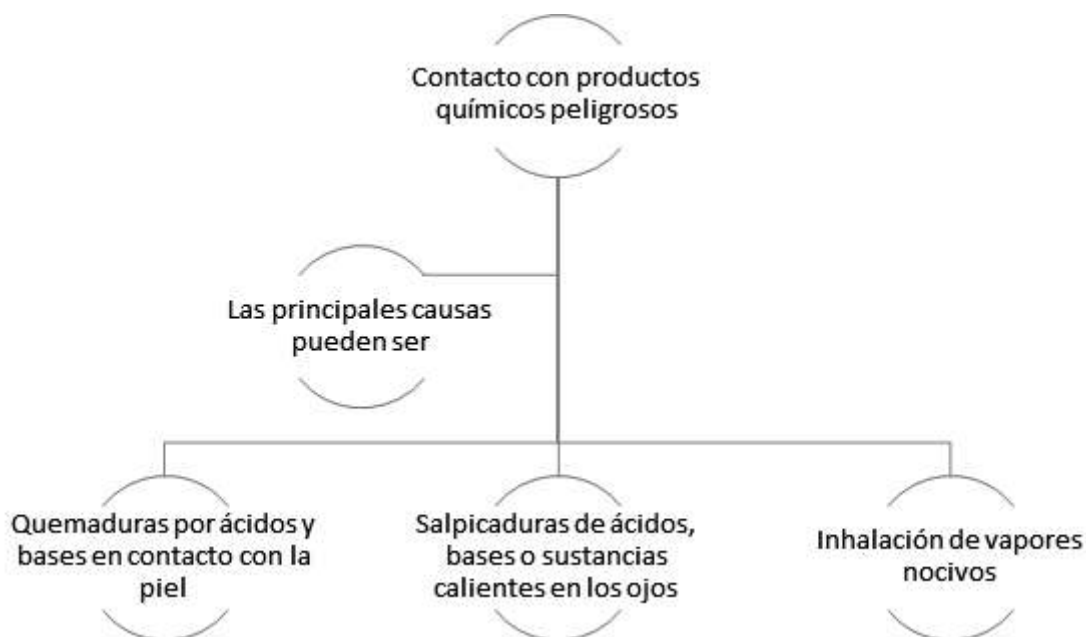


Figura 2. Principales causas del contacto con productos químicos peligrosos en un laboratorio.

Para evitar el contacto con productos químicos peligrosos es necesario que, en primer lugar, el alumnado conozca los riesgos de los productos químicos (Tabla 1) que va a usar en cada una de las prácticas. Además, siempre debe llevar bata de laboratorio, guantes, calzado apropiado y gafas de protección cuando se necesite. Es, además, importante, evitar el uso de lentes de contacto cuando se trabaje en un laboratorio.

Tabla 1. Símbolos de peligrosidad y algunos efectos de las sustancias químicas¹

Pictograma	Descripción
Peligroso por aspiración	
	Efectos cancerígenos, mutagénicos, reproductivos, fertilidad, muerte del feto o malformaciones, daños sobre ciertos órganos, etc.
Irritación cutánea	
	Irritación de ojos, garganta, nariz, piel, somnolencia, vértigos, etc.
Corrosivo	
	El contacto con estas sustancias puede causar daños irreversibles sobre la piel, ojos y otros tejidos vivos.
Toxicidad aguda	
	Incluso en pequeñas dosis se producen efectos adversos inmediatos sobre la salud como náuseas, vómitos, pérdida de conocimiento, dolores de cabeza y, en casos graves, la muerte.
Explosivo	
	El calentamiento puede producir una explosión.
Inflamable	
	Producto que comienza a arder a bajas temperaturas.
Gas a presión	
	El calentamiento puede provocar una explosión.
Peligroso para el medio ambiente acuático	
	Tóxico para la vida acuática.

Se recomienda que, en el caso de las quemaduras por ácidos o bases, se lave inmediatamente la zona afectada con agua abundante durante 5 minutos. Neutralizando, posteriormente, los restos de ácido o de base que puedan quedar con una disolución diluida de bicarbonato sódico (NaHCO_3) o una disolución de ácido acético (CH_3COOH).

En cuanto a las salpicaduras de ácidos, bases o sustancias calientes en los ojos, se debe lavar inmediatamente los ojos con gran cantidad de agua, durante al menos 5 minutos. En casos graves, será necesario acudir a un especialista.

Por otro lado, para evitar la inhalación de vapores tóxicos, se deberá trabajar en las campanas de extracción del laboratorio.

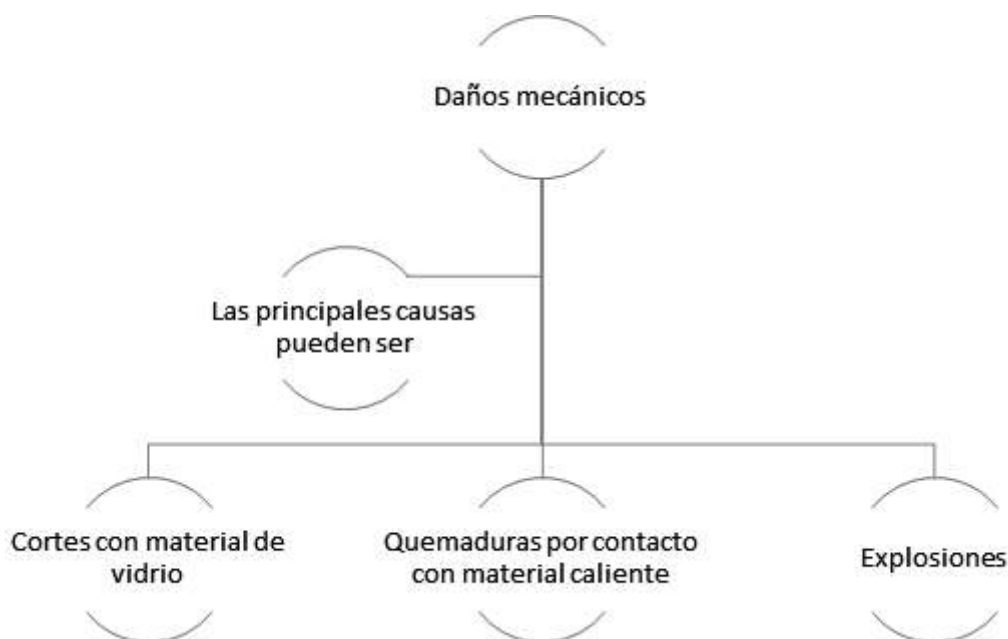


Figura 3. Principales causas de los daños mecánicos en un laboratorio.

Es necesario evitar el uso de material de vidrio que presenta desperfectos, grietas, etc. Cuando un material de vidrio está a una elevada temperatura es necesario que se enfríe lentamente, evitando un choque de temperatura que pueda causar la rotura del mismo. Además, debe hacerse uso de pinzas o guantes de protección para retirar recipientes calientes, evitando el contacto directo con la piel.

Por otro lado, para evitar las explosiones, siempre que se lleve a cabo una reacción con desprendimiento de vapores debe evitarse que aumente la presión, para lo cual, no debe cerrarse el recipiente herméticamente.



Material de Laboratorio

1. Material de Laboratorio.

El material de laboratorio más frecuente que será usado en las diferentes prácticas que se recogen en este manual puede dividirse en: material de soporte, material volumétrico y aparatos.

1. Material de soporte

En este grupo se encuentra todo aquel material que se emplea para la sujeción de otro material de laboratorio (Tabla 2).

Tabla 2. Material de soporte más frecuente en el laboratorio

Soporte universal o pie: _____

Permite colocar pinzas para sujetar material de laboratorio.



Pinza de sujeción de laboratorio: _____

Permite sujetar material de laboratorio.



Adaptador de pinza o nuez de laboratorio: _____

Permite sujetar las pinzas al soporte universal.



2. Material volumétrico y no volumétrico.

El material volumétrico se define como todo aquel material que permite medir volúmenes de forma exacta. Por otro lado, el material no volumétrico es todo aquel que no mide de forma exacta los volúmenes.

Tabla 3. Material volumétrico y no volumétrico más frecuente en un laboratorio

Bureta: _____

Permite medir volúmenes exactos.
Usada para realizar valoraciones (volumétrico).



Matraz aforado: _____

Permite disoluciones de volúmenes exactos (volumétrico).



Pipeta: _____

Permite medir diferentes volúmenes, en el caso de las pipetas graduadas y, en el caso de las pipetas aforadas, permite medir un único volumen (volumétrico).



Probeta: _____

Permite medir volúmenes de forma aproximada (no volumétrico).



Matraz Erlenmeyer: _____

Permite contener sustancias, suele usarse en las valoraciones (no volumétrico).



3. Aparatos.

Se entiende por aparatos todos aquellos instrumentos que permiten realizar operaciones específicas y que son usados exclusivamente para desarrollar esas operaciones (Tabla 4).

Tabla 4. Aparatos de uso frecuente en laboratorio

Balanza analítica: _____

Permite pesar sustancias con una gran precisión en la pesada. La sensibilidad puede llegar hasta una diezmilésima de gramo.



Balanza granataria: _____

Permite pesar sustancias pero con una menor sensibilidad. Generalmente varía entre una décima y una centésima de gramo.



Placa calefactora: _____

Permite calentar sustancias controlando la temperatura.



Estufa: _____

Permite secar sustancias química o material de laboratorio a una determinada temperatura.





Preparación de Disoluciones

Preparación de Disoluciones.

La preparación de disoluciones es un paso crítico del que depende directamente la exactitud y fiabilidad de los resultados obtenidos en una experiencia de laboratorio.

En primer lugar, el material a usar debe estar limpio para ellos ha de lavarse con agua y jabón y, por último, con agua destilada.

Debe considerarse la naturaleza de las disoluciones a preparar, por ejemplo, las disoluciones de hidróxido sódico (NaOH) han de ser almacenadas en botellas de plástico.

Las botellas en las que se almacenarán las disoluciones preparadas deben ser previamente etiquetadas indicando la disolución que contiene, concentración y la fecha de preparación.

En los casos en los que se use un patrón primario para la disolución a preparar, éste ha de ser pesado en una balanza analítica de precisión. Mientras que, aquellos que no sean patrones primarios serán pesados en granatarios.

Cuando se preparen disoluciones de ácidos o bases concentrados (HCl, H₂SO₄, H₃PO₄, etc.) debe hacerse en la campana extractora. Así mismo, debe usarse guantes pues estas sustancias son corrosivas.

Dependiendo que el estado físico del reactivo o sustancia a partir de la cual se va a preparar la disolución, se tiene:

1. Preparación de disoluciones partiendo de un sólido.

Para preparar disoluciones partiendo de un sólido (Fig. 4) es necesario pesar la cantidad de sólido necesario en un vaso de precipitados. Posteriormente, se adicionará una pequeña parte de disolvente suficiente para disolver el sólido, con ayuda de una varilla de vidrio.

Una vez se ha disuelto todo el sólido, éste ha de ser trasvasado a un matraz aforado, lavando el vaso de precipitados con pequeñas porciones del disolvente que se incorporarán al matraz aforado para arrastrar posibles restos de disolución.

Finalmente, se añade disolvente al matraz hasta la línea de aforo del mismo. Se cierra el matraz y se homogeniza la solución invirtiendo el matraz varias veces.

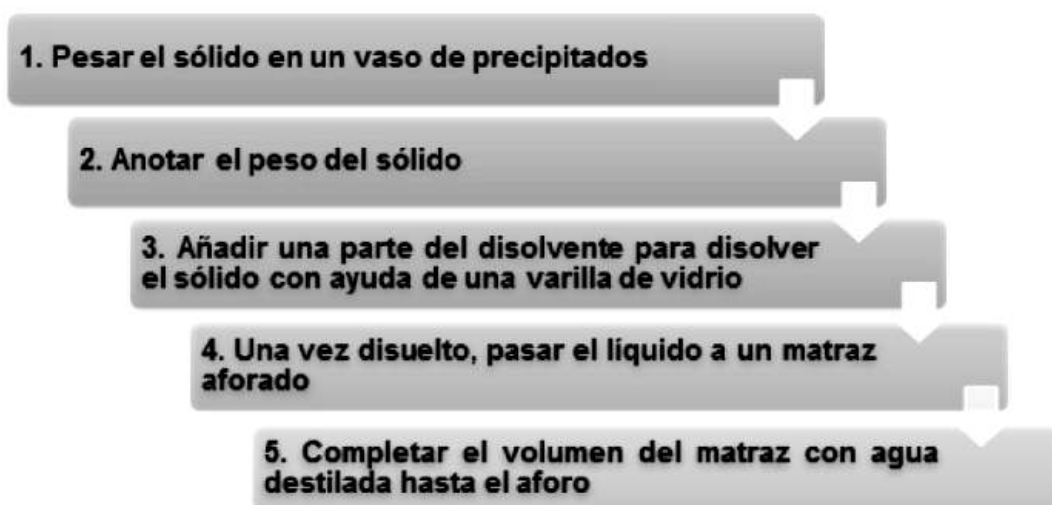


Figura 4. Esquema de la preparación de disoluciones a partir de un sólido.

2. Preparación de disoluciones partiendo de un líquido

La preparación de una disolución partiendo de un líquido (Fig. 5) puede hacerse de diferentes formas, la más frecuente es la de trasvasar un poco del líquido a un vaso de precipita-

dos, previamente enjuagado con el líquido que va a ser medido. Posteriormente, se toma el volumen necesario con una pipeta graduada o una pipeta aforada, trasvasándose a un matraz aforado.

Finalmente, se adiciona disolvente hasta la línea de enrase o aforo del matraz aforado. Se cierra el matraz y se invierte para homogenizar el contenido.

Es necesario tener en cuenta la naturaleza del líquido, ya que en el caso de ácidos fuertes, es necesario adicionar una cantidad de disolvente, generalmente, agua destilada, al matraz aforado antes de trasvasar el ácido a éste. Además, debe introducirse lentamente por las paredes del matraz.

Cuando se produzca una reacción exotérmica, será necesario dejar que la temperatura baje antes de llenar y enrasar el matraz.

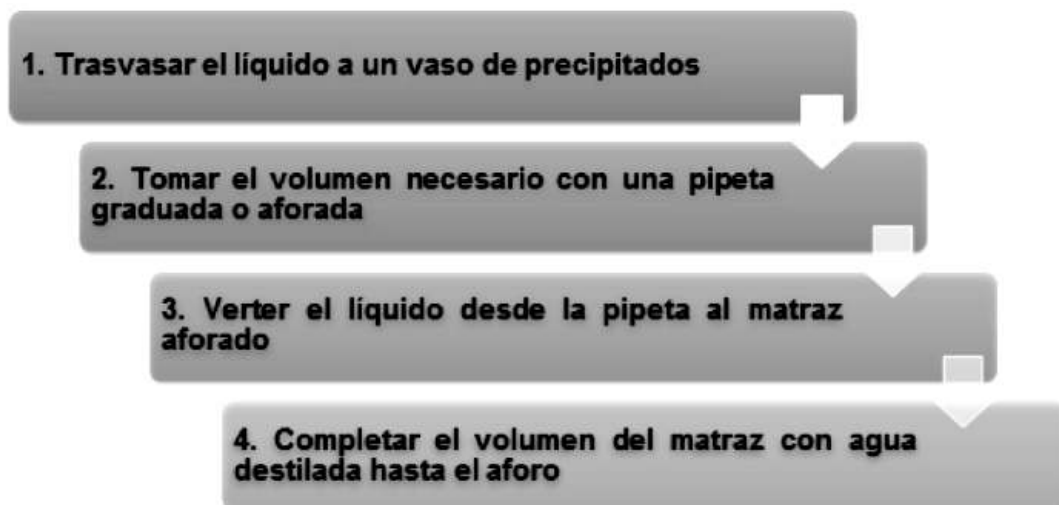


Figura 5. Esquema de la preparación de disoluciones a partir de un líquido.

3. Preparación de una disolución por dilución de otra disolución

En la preparación de una disolución por dilución (*Fig. 6*) de otra disolución, es necesario tomar el volumen requerido con una pipeta y verterlo en un matraz aforado.

Por último, se adiciona agua destilada hasta la línea de aforo o enrase del matraz aforado. Se invierte el matraz para homogenizar la mezcla.

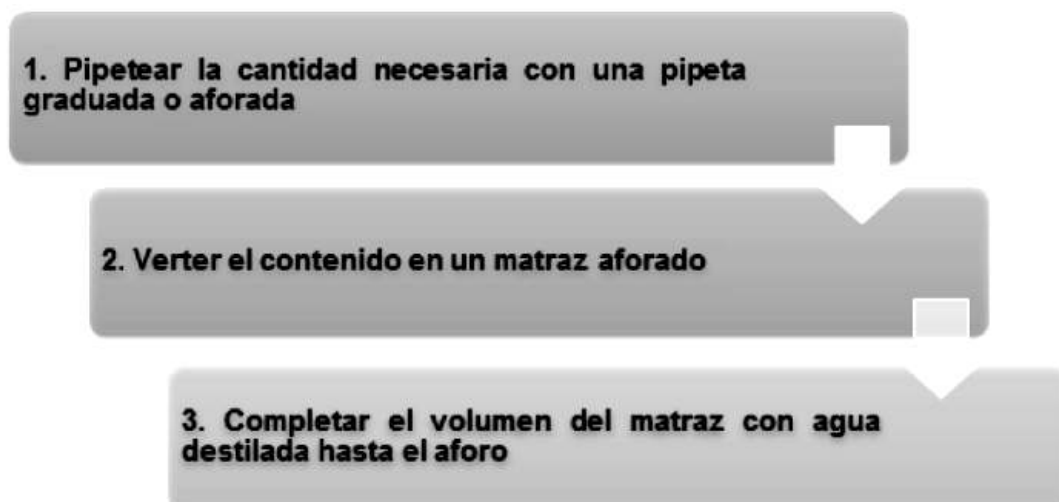


Figura 6. Esquema de la preparación de disoluciones a partir de una disolución.





PRÁCTICA 1.
Determinación de
fluoruro en aguas de
consumo

PRÁCTICA 1. Determinación de fluoruro en aguas de consumo.

Introducción.

El fluoruro es un elemento muy importante para las personas. Este ion una vez absorbido por el organismo, tiene una gran afinidad por los tejidos calcificados, es por ello que el 95% de la cantidad total de flúor presente en el cuerpo humano se encuentra en huesos y dientes². La concentración de flúor en los huesos se incrementa con la edad y es proporcional a la cantidad de flúor ingerida. Los dientes incorporan flúor a lo largo de su maduración y es considerado indispensable por su efecto en el esmalte dental, confiriéndole una máxima resistencia frente a las caries.

La concentración mínima requerida en las aguas de abasto para conseguir una reducción de la caries dental es de alrededor de 1 mg/L. Por ese motivo, en aguas cuyas concentraciones son inferiores a 1 mg/L, es recomendable el uso de suplementos fluorados³.

Los niveles de fluoruro en las aguas de bebida son muy variables y dependen del medioambiente. En numerosas ocasiones, se han estudiado las variables geológicas y geográficas relacionadas con los altos niveles de F en el agua de abasto, respectivamente.

Las Islas Canarias se caracterizan por suelos volcánicos de carácter poroso y permeable que hace que una considerable fracción del agua procedente de la lluvia se infiltre en el subsuelo, siendo en este tipo de suelos volcánicos donde se encuentran los mayores niveles de flúor.

En la siguiente tabla se expone la relación entre la concentración de flúor en las aguas de abastecimiento y sus efectos sobre la salud de la población que lo consume.

Tabla 1. Relación entre concentración de fluoruro y el posible efecto sobre la salud.

Concentración (mg F/L)	Efectos sobre la salud
< 0,5	<i>Caries dental</i>
0,5-1,0	<i>Mejora la salud dental</i>
1,5-4	<i>Fluorosis dental</i>
> 4	<i>Fluorosis dental y ósea</i>
>10	<i>Fluorosis ósea degenerativa</i>

El Real Decreto 140/2003⁴, de 7 de febrero, por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano en España, fija el límite máximo de fluoruro para el agua de abastecimiento público en 1,5 mg/L.

Los valores de IDR (Ingesta Diaria Recomendada) de este anión se presentan en diferentes categorías en función de la edad, el sexo y la situación fisiológica. Estos valores son⁵:

- **Adultos:** hombres: 4 mg/día; mujeres: 3 mg/día.
- **Adolescentes:** 2-3 mg/día.
- **Segundo y tercer año de vida:** 0,7 mg/día.
- **Primer año de vida:** 0,01-0,5 mg/día.

² Paz S, Jaudenes JR, Gutiérrez AJ, Rubio C, Hardisson A, Revert C (2017) Determination of Fluoride in Organic and Non-organic wines. Biological Trace Element Research 178: 153-159

³ Jáudenes Marrero JR, Hardisson de la Torre A, Gutiérrez Fernández AJ, Rubio Armendáriz C, Revert Gironés C (2015) Evaluación del riesgo tóxico por la presencia de fluoruro en aguas de bebida envasada consumidas en Canarias. Nutrición Hospitalaria 32(5): 2261 – 2268

⁴ Real Decreto 140/2003, de 7 de febrero, por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano. Boletín Oficial del Estado, núm. 45

⁵ IOM (2004) Institute of Medicine, Food and Nutrition Board. Dietary reference intakes (DRIs): recommended intakes for individuals, elements. National Academy Press, Washington, DC

Objetivo.

Determinar la concentración de F⁻ en agua de consumo humano mediante la técnica potenciométrica empleando un electrodo de ión selectivo de fluoruro.

Reactivos.

- Disolución madre 0,1 M de NaF: pesar 4,199 g de NaF y desecar durante 2 horas a 120°C. Enrasar en matraz aforado de plástico con agua desionizada a 1 L.

- Disolución acondicionadora TISAB – CDTA: pesar 58 g de NaCl, 4 g de CDTA, 57 mL de ácido acético glacial y 500 mL de agua desionizada. Agitar hasta la disolución y ajustar el pH entre 5,0 y 5,5 con NaOH 50%. Una vez obtenido el pH deseado llevar la disolución a 1 L con agua desionizada en un matraz aforado.

- Disolución de NaOH 50%: pesar 125 g de NaOH y ajustar hasta 250 ml con agua desionizada en un matraz aforado.

Procedimiento.

Para la elaboración de la recta de calibrado es necesario los siguientes patrones de calibrado: 10⁻², 10⁻³, 10⁻⁴ y 10⁻⁵ mol/L de F⁻ en un volumen de 100 ml. Se parte de una disolución madre de 10⁻¹ M de F⁻.

A continuación, adicionar a cada uno de los patrones previamente preparados la disolución acondicionadora TISAB-CDTA (1:1). Introducir los electrodos, agitar suavemente y medir el potencial para cada uno de los patrones.

Determinar la concentración de fluoruro en las muestras de agua de consumo del mismo modo.

Representar la gráfica mol/L de F⁻ frente a E (mV). Para obtener los datos en mg/L F⁻, es necesario utilizar la conversión de unidades multiplicando por 18,9 (peso molecular del fluoruro expresado en g/mol) y por 1000 (para obtener el resultado en L).


Cuestiones.

La evaluación de la exposición se basa en el cálculo de la ingesta diaria estimada (IDE) y su comparación con la ingesta diaria recomendada (IDR) o ingesta diaria admisible (IDA) (ver Anexo I).

1. Calcular la concentración de F⁻ (mg/L) del agua estudiada, para ello, realizar la representación en una gráfica semilogarítmica.
2. Estimar la ingesta diaria estimada (IDE) para una persona que consume dos litros de agua.
3. Calcular la ingesta de los siguientes municipios de la tabla adjunta
4. ¿Cuántos municipios superan la concentración establecida por el RD 140/2003?
5. ¿En cuántos municipios de los que se encuentran en la Tabla 2, la población que consume 2 L de agua al día superaría la IDR establecidas por la IOM (Institute of Medicine, Food and Nutrition Board) para hombres y mujeres?
6. Suponiendo las siguientes concentraciones de fluoruro en aguas de abastecimiento de distintos puntos de la isla de Tenerife (Tabla 2), calcula la IDE derivada del consumo de 2 litros de agua al día. ¿Conoces la actuación de los municipios afectados frente a este problema?

Tabla 2. Niveles de fluoruro en diferentes municipios de la isla de Tenerife.

MUNICIPIO	F⁻ (mg/L)	IDE (2L/d)
Adeje	3,59-4,89	
Arafo	0,36-0,41	
Arico	0,23-0,53	
Arona	0,19-0,48	
Buenavista del Norte	1,10-1,15	
Candelaria	0,19-0,23	
El Sauzal	2,34-2,76	
El Tanque	0,35-4,38	
Fasnia	1,22-1,31	
Garachico	0,47-2,50	
Granadilla	0,57-1,33	
Guía de Isora	0,57-1,42	
Guímar	0,38-0,59	
Icod de los Vinos	2,22-3,94	
La Esperanza	0,23-0,34	
La Guancha	1,52-2,07	
La Laguna	1,82-2,14	
La Matanza	2,41-3,03	
La Orotava	0,42-0,52	
La Victoria	0,36-2,87	
Los Realejos	0,54-0,88	
Los Silos	1,05	
Puerto de la Cruz	0,66-1,41	
San Juan de la Rambla	0,95-2,45	
San Miguel	0,33-0,59	
Santa Cruz de Tenerife	0,07-0,32	
Santa Úrsula	0,22-1,21	
Santiago del Teide	0,36-0,39	
Tacoronte	0,56-3,02	
Tegueste	0,26	
Vilaflor	0,21-0,28	



PRÁCTICA 2.
Determinación de la
materia orgánica total en
agua mediante volumetría
de oxidación - reducción

PRÁCTICA 2. Determinación de la materia orgánica total en agua mediante volumetría de oxidación – reducción.

Introducción.

La materia orgánica natural, está presente en las aguas superficiales y subterráneas, formándose por la descomposición de materiales vegetales (algas y plantas). La infiltración de aguas de escorrentía supone un importante aporte de materia orgánica para las aguas subterráneas.

La materia orgánica natural del agua está formada fundamentalmente, por sustancias húmicas, poco biodegradables debido a que se trata de grandes macromoléculas.

En los procesos de purificación del agua, la presencia de materia orgánica, genera subproductos de desinfección. Estos, aparecen al reaccionar la materia orgánica con el cloro, dando lugar a productos como los trihalometanos (THM) o los ácidos haloacéticos (HAA).

En general, las aguas naturales sin contaminar presentan bajas cantidades de materia orgánica.

En las aguas subterráneas, concentraciones mayores a 1 ppm indican contaminación por infiltración freática. Mientras que, en las aguas superficiales, el contenido de materia orgánica varía dependiendo de las fuentes contaminantes.

Los parámetros más importantes para medir la materia orgánica, son los que se basan en la cantidad de oxígeno necesario para descomponer u oxidar los productos orgánicos, como:

- DBO₅ (Demanda Bioquímica de Oxígeno en 5 días): definido como la cantidad de oxígeno necesario para la descomposición biológica aeróbica de la materia orgánica de un agua. Se expresa en mg O₂/L.

- DQO (Demanda Química de Oxígeno): mide la cantidad de materia orgánica total susceptible de oxidación química.

Se expresa como la cantidad de oxígeno equivalente necesaria para la oxidación química de la materia orgánica oxidable de un agua, siendo sus unidades de mg O₂/L.

- Carbono Orgánico Total (COT): es la cantidad de carbono que se encuentra como carbono orgánico, formando enlaces con el oxígeno y el hidrógeno, dando lugar a compuestos orgánicos. La medida de carbono orgánico se realiza determinando el carbono total y el carbono inorgánico, y aplicando su diferencia.

Esta medida está menos sujeta a interferencias que la de DQO, en particular, en presencia de compuestos nitrogenados, siendo una técnica más rápida y reproducible. Se expresa en mg C/L.

- Oxidabilidad al permanganato: consiste en conocer la cantidad de materia orgánica a través de la oxidación con permanganato potásico en caliente y en medio ácido. En la oxidación, hay un gasto de reactivo, de cuyo cálculo se deduce la materia orgánica presente en el agua.

La cantidad de KMnO₄ reducida, es igual al oxígeno liberado. Se expresa en mg O₂/L.

El Real Decreto 140/2003⁶, por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano, fija un contenido máximo de oxidabilidad en 5 mg O₂/L de agua.

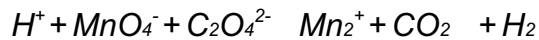
Objetivo

Determinar el contenido total de materia orgánica en el agua mediante una volumetría de

oxidación-reducción (redox).

Fundamento.

El método más común para la determinación de la cantidad de oxígeno necesario para oxidar la materia orgánica de un agua, consiste en la digestión química de la misma con permanganato potásico en medio ácido. La reacción que tiene lugar es:



Para que la reacción transcurra, es necesaria la presencia de iones Mn (II), por lo que, al iniciar la valoración en caliente, se hace necesario esperar unos segundos hasta que el ácido oxálico reduzca el Mn (VII) a Mn (II). Esto se manifiesta con la decoloración del líquido a valorar.



La cantidad de permanganato consumido es proporcional a la materia orgánica existente en la muestra de agua.

El exceso de permanganato, que no ha sido consumido por la muestra, se reduce con un exceso de ácido oxálico, y se valora por retroceso con la disolución de permanganato potásico. La cantidad de materia orgánica se expresa como mg O₂/L.

Material.

- Matraces Erlenmeyer de 250 mL
- Placa calefactora
- Bureta
- Pipetas graduadas de 5 y 10 mL

Reactivos.

- Permanganato potásico 0,01 N
- Ácido Oxálico 0,01 N
- Disolución de ácido sulfúrico 1:3 (25 mL de H₂SO₄ + 75 mL de H₂O)
- Porcelana porosa

Procedimiento.

Se colocan 100 mL de agua destilada en un matraz Erlenmeyer de 250 mL, 5 mL de la disolución de ácido sulfúrico y 10 mL de permanganato potásico 0,01 N.

Se añaden unos trocitos de porcelana porosa, para controlar la ebullición, y se deja hervir durante 10 minutos. De esta forma, se destruye la materia orgánica del matraz. Desde la bureta, se añade ácido oxálico 0,01 N, hasta total decoloración. Después, se desecha el contenido del matraz y se procede a colocar la muestra, sin lavar.

Se añaden 100 mL de la muestra problema, 5 mL de la disolución de ácido sulfúrico y 10 mL de permanganato potásico 0,01 N, y se lleva a ebullición durante 10 minutos.

A continuación, se añade ácido oxálico 0,01 N, desde la bureta, hasta que el líquido pase a incoloro. Después, se valora en caliente el ácido oxálico sobrante con permanganato potásico 0,01 N. El viraje es de incoloro a rosa pálido.

Cálculos.

Cálculo de equivalentes de materia orgánica

$$\text{meqpermanganato totales} = \text{meqmateria orgánica} + \text{meqácido oxálico}$$

$$(\text{N} \cdot \text{V})\text{permanganato totales} = \text{meqmateria orgánica} + (\text{N} \cdot \text{V})\text{ácido oxálico}$$

$$\text{meqmateria orgánica} = 0,01 \cdot (10 + \text{Vvaloración por retroceso}) - 0,01 \cdot \text{Vusado para decoloración}$$

Cálculo de la masa de oxígeno de las muestras (mg O₂)

$$\text{meqmateria orgánica} = \text{meqO}_2 = \text{meqmateria orgánica} \cdot 8$$

Cuestiones.

1. Indicar los volúmenes de permanganato potásico consumidos por las muestras de agua y calcular la materia orgánica del agua problema. Expresar los resultados en mg de O₂/L de agua.

- a) Cálculos
- b) Resultados
- c) Discusión de resultados

2. Los niveles obtenidos ¿están dentro de los fijados por el Real Decreto 140/2003 por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humana?

3. ¿Qué es la DQO de un agua?

4. ¿Por qué se ensaya primero el procedimiento con agua destilada?



PRÁCTICA 3.
Determinación de cloruros
en agua de consumo
mediante el Método de
Möhr

PRÁCTICA 3. Determinación de cloruros en agua de consumo mediante el Método de Möhr.

Introducción.

El cloruro es uno de los aniones inorgánicos principales en el agua natural y residual. En las aguas naturales, su concentración es variable, dependiendo de la naturaleza de los terrenos. Normalmente, el contenido de cloruro en las aguas naturales es inferior a 50 mg/L.

El cloruro ingresa al agua de forma natural, mediante el lavado de las aguas de lluvia sobre el suelo.

En las aguas superficiales, las concentraciones de cloruro son menores debido a que la superficie de contacto entre el agua y el suelo es menor. Mientras que, en las aguas subterráneas, al ser mayor la superficie de contacto entre el agua y el suelo, la concentración de cloruro, aumenta.

En los pozos, que se encuentran relativamente próximos a la línea de costa, y favorecido por el suelo volcánico poroso, así como por la creciente demanda, que intensifica el bombeo, se produce intrusión de agua marina, lo que provoca una pérdida progresiva de calidad de estas aguas.

La utilización de recursos y reservas, y la excesiva explotación de los pozos costeros, causan problemas de contaminación antrópica por cloruros. Es por eso, que la medición de cloruro, es útil como indicador de contaminación de las aguas.

El Real Decreto 140/2003⁷ por el que se establecen los criterios sanitarios de calidad del agua de consumo humano, contempla en el Anexo I, un valor paramétrico para los cloruros de 250 mg/L en aguas de consumo.

Objetivo.

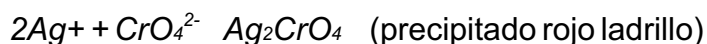
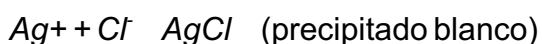
Determinar la concentración de cloruro en aguas potables y superficiales mediante el Método de Möhr.

Este método es aplicable para aguas que no tengan excesivo color o turbidez.

Fundamento

El Método de Möhr se basa en la reacción de los iones cloruro con Ag^+ , formándose un precipitado de color blanco de cloruro de plata ($AgCl$).

Usando como indicador cromato potásico (K_2CrO_4), el cual va a formar un precipitado (Ag_2CrO_4) de color rojo-ladrillo con los iones de plata sobrantes, cuando los iones cloruro se agoten.



Material.

- Matracas Erlenmeyer de 250 mL
- Probeta de 100 mL
- Bureta
- Soporte de bureta

- Pipetas de 1 mL
- Vasos de precipitados.

Reactivos.

- Disolución valorante: disolución 0,1 N de nitrato de plata (AgNO_3).
- Indicador: disolución al 5% de cromato potásico (K_2CrO_4). Se disuelven 5 gramos de cromato potásico en 100 mL de agua destilada.
- Disoluciones para ajustar el pH a 7: disolución de ácido sulfúrico 1 N y disolución de hidróxido sódico 1 N.

Procedimiento.

Se colocan 100 mL de la muestra problema en un matraz Erlenmeyer de 250 mL, previamente filtrada, y se lleva a pH 7. Se añade 1 mL de cromato potásico al 5% y se procede a valorar con nitrato de plata 0,1 N, agitando continuamente, hasta la aparición del primer color pardo-rojizo. Se repite el procedimiento usando agua destilada (blanco).

$$\text{Cloruros (mg/L)} = \frac{V - V'}{V''} \cdot N \cdot PM_{\text{Cl}} \cdot 1000$$

Cálculos.

Para calcular la cantidad de cloruros en el agua, se hace uso de la siguiente fórmula:

Siendo:

V = volumen de la solución valorante usada en la valoración de la muestra problema (mL).

V' = volumen de la solución valorante usada en la valoración del blanco (mL).

V'' = volumen de la muestra (mL).

N = normalidad del nitrato de plata.

PM = peso molecular del cloro.

Cuestiones.

1. Indicar los volúmenes consumidos de nitrato de plata y calcular la cantidad de cloruros del agua problema en mg Cl-/L.
 - a) Cálculos
 - b) Resultados
 - c) Discusión de resultados
2. Comparar el resultado con los valores establecidos por el R.D. 140/2003 por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano.
3. ¿Por qué la solución que se analiza mediante el método de Möhr debe tener pH neutro o cercano a la neutralidad?
4. ¿Cómo se denomina también el Método de Möhr? ¿Por qué?





PRÁCTICA 4.
Determinación de
carbonatos y bicarbonatos
en aguas de consumo

PRÁCTICA 4. Determinación de carbonatos y bicarbonatos en aguas de consumo.

Introducción.

La alcalinidad en el agua tanto natural como tratada, usualmente es causada por la presencia de iones carbonatos (CO_3^{2-}) y bicarbonatos (HCO_3^-), asociados con los cationes Na^+ , K^+ , Ca^{2+} y Mg^{2+} .

El análisis de mezclas de carbonatos y bicarbonatos requiere de dos valoraciones, ambas requerirán ácido clorhídrico como agente valorante pero con un indicador de viraje alcalino (como la fenolftaleína), y otra con un indicador de viraje ácido (como el azul de bromofenol).

En este caso el punto final de la primera valoración, aquella que utiliza fenolftaleína como indicador, nos dará el contenido de carbonatos presentes en la muestra, mientras que el punto final de la segunda, aquella que utiliza azul de bromofenol como indicador, nos dará el contenido de bicarbonatos que estaban presentes desde un inicio en la muestra, más los que provienen de la neutralización de los carbonatos presentes en ella.

Por tanto, la muestra, es decir, la mezcla carbonato-bicarbonato, reacciona con el HCl así:



Objetivos.

El objetivo de esta práctica es determinar el contenido de carbonatos y bicarbonatos en una muestra de agua.

Material.

- Matraz Erlenmeyer de 125 mL
- Vaso de precipitado de 250 mL
- Pipetas graduadas de 10 y 25 mL
- Bureta

Reactivos.

- Fenolftaleína (0,25%): Disolver 0,25 g. de fenolftaleína en 100 ml de etanol al 50%.
- Azul de bromofenol (0,04%): Disolver 0,04 g. de azul de bromofenol en 15 ml de NaOH 0,01N y aforar a 100 ml con agua destilada.
- Disolución valorante (patrón secundario): Solución de HCl 0,01N.

Procedimiento experimental.

Pipetear 5 mL del agua problema y pasar a un Erlenmeyer de 250 ml. Añadir 3 gotas de indicador fenolftaleína al 25% y valorar con la disolución de HCl 0,01N (agitando homogéneamente el Erlenmeyer) hasta el primer viraje de rosa claro a incoloro y anotar el volumen de HCl gastado.

Si aparece color rosa, valorar hasta que vire a incoloro y si no aparece el color rosa,

reportar carbonatos igual a cero.

A continuación añadir a la disolución del mismo matraz 3 gotas de azul de bromofenol 0,04% y continuar la valoración hasta el primer cambio de color del nuevo indicador (de azul a verde) anotando de nuevo el volumen de HCl gastado.

Cálculos.

$$\text{meq/l de CO}_3^{2-} = \frac{2V \times N \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

V = mL de disolución valorante gastados

N = normalidad del HCl disolución valorante

T = mL de HCl gastado en las 2 valoraciones

$$\text{meq/l de HCO}_3^- = \frac{(T-2V) \times N \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

V = mL de disolución valorante gastados

N = normalidad del HCl disolución valorante

*Nota: $\text{meq/L HCO}_3^- = 0,0164 \cdot \text{mg/L HCO}_3^-$ y $\text{meq/L CO}_3^{2-} = 0,033 \cdot \text{mg/L CO}_3^{2-}$

Cuestiones

1. Determinar la concentración de carbonato y bicarbonato en la muestra, expresar ambos resultados en meq/L y mg/L.
2. ¿Existen límites máximos en el RD 140/2003 por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano para carbonatos y bicarbonatos? En relación a los valores obtenidos ¿considera que son niveles adecuados?
3. ¿Por qué se utilizan estos indicadores para determinar el punto final de cada una de las valoraciones? ¿se podrían utilizar otros indicadores ácido-base? Razona las respuestas.





**PRÁCTICA 5.
Determinación
espectrofotométrica de
fosfatos en aguas de
consumo**

PRÁCTICA 5. Determinación espectrofotométrica de fosfatos en aguas de consumo.

Introducción.

Los iones fosfato (PO_4^{3-}) pueden encontrarse en las aguas como consecuencia de su amplio uso en los abonos inorgánicos. Los fosfatos solubles son arrastrados fácilmente por las aguas superficiales siendo incorporados a los acuíferos y aguas subterráneas.

Las actividades antropogénicas suponen, también, una importante fuente de aniones fosfato en las aguas. Éstos se encuentran en vertidos urbanos que contienen detergentes con fosfatos usados como agentes alcalinizadores.

El contenido natural de aniones fosfatos en las aguas suele ser menor a 1 mg/L. Cantidades mayores a 1 mg/L pueden favorecer el crecimiento de algas.

Por lo tanto, un aumento en el contenido de aniones fosfato sería indicativo de contaminación de las aguas por vertidos urbanos o residuales.

La determinación espectrofotométrica de los iones fosfato es posible debido a que éste formará un complejo con compuestos de vanadio y molibdeno.

El complejo resultante de la reacción entre los iones fosfatos presentes en el agua con los compuestos de vanadio y molibdeno presenta una longitud de onda de 420 nm.

Objetivos.

El objetivo es determinar la cantidad de aniones fosfato en muestras de agua de consumo.

Material

- Espectrofotómetro Vis – UV
- Vasos de precipitados de 250 mL
- Cubetas
- Matraces aforados de 25 mL
- Matraz aforado de 100 mL
- Probeta graduada de 250 mL
- Pipetas aforadas de 5 y 10 mL

Reactivos.

- Heptamolibdato amónico ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)
- Metavanadato amónico (NH_4VO_3)
- Ortofosfato ácido potásico (KH_2PO_4)
- Ácido nítrico (HNO_3)

Disoluciones.

- Disolución de vanadio – molibdato amónico: se prepara disolviendo 25 gramos de heptamolibdato amónico en 300 mL de agua destilada. Después, se prepara otra disolución con 1,25 g de metavanadato amónico en 400 mL de agua destilada y se añaden 100 mL de ácido nítrico concentrado. Se mezclan ambas disoluciones en un matraz aforado de 1 L y se

enrasa con agua destilada.

- Disolución patrón de ortofosfato (PO_4)³⁻ de 50 mg/L: se prepara disolviendo 219,5 mg de KH_2PO_4 anhidro en agua destilada hasta un volumen total de 1 L en un matraz aforado.

Procedimiento.

Curva de calibrado

Previamente, es necesario realizar una curva de calibrado empleando para ello patrones de concentraciones conocidas del analito en estudio. Además, se prepara una disolución blanco para conocer las posibles interferencias de la matriz.

Se preparan cinco patrones de concentraciones de 3, 5, 10, 15 y 20 mg/L de fosfato. A estos patrones es necesario adicionar 10 mL de la disolución de vanadio – molibdato amónico antes de enrasar el matraz. Posteriormente, se invierte el matraz para asegurar la homogeneidad del contenido y se espera 10 minutos hasta que se visualice el color.

El blanco debe prepararse sin fosfato, sólo con 10 mL de la disolución de vanadio – molibdato amónico, enrasando con agua destilada hasta un volumen de 25 mL.

Preparación de la muestra problema

En matraces aforados de 25 mL se pipetea 5 mL de la disolución problema, se adicionan 10 mL de la disolución de vanadio – molibdato amónico y se enrasa con agua destilada. Se invierte el matraz para homogenizar el contenido y se deja reposar durante 10 minutos. Cada muestra problema debe hacerse por triplicado.

Medida de la absorbancia

Una vez ajustado el espectrofotómetro para medir a 420 nm, se introduce en primer lugar el blanco y se ajusta a cero. A continuación, se mide la absorbancia de los patrones de la curva de calibrado, y por último, de cada una de las muestras.

Cálculos.

En una hoja de cálculo se construye la recta de calibrado con las concentraciones de cada uno de los patrones (en el eje de las x) y las señales obtenidas (en el eje de las y). Se obtiene la ecuación de la recta que une los puntos, y con esta ecuación se obtiene la concentración de fosfato de cada una de las muestras.

Cuestiones.

1. Representar la curva de calibrado obtenida, indicando la ecuación de la recta y la linealidad de la misma.
2. Calcular las concentraciones de iones fosfato en cada una de las muestras de agua indicando las desviaciones estándar y concentraciones medias. Comentar y discutir los resultados.
3. ¿Qué interferencias pueden afectar en la determinación espectrofotométrica de los fosfatos?





**PRÁCTICA 6.
Determinación
espectrofotométrica de
nitratos en aguas de
consumo**

PRÁCTICA 6. Determinación espectrofotométrica de nitratos en aguas de consumo.

Introducción.

Los nitratos (NO_3^-) se encuentran en la naturaleza y en las aguas de forma natural procedentes de la descomposición de compuestos nitrogenados como las proteínas, urea, etc.

Los nitratos son, además, una importante fuente de nutrientes para las plantas, encontrándose en los abonos. Las plantas y, por lo tanto, los vegetales destinados al consumo humano, presentan considerables niveles de estos iones.

Las aguas subterráneas que se encuentran en zonas rurales con gran actividad agrícola pueden presentar elevadas concentraciones de nitratos.

Este ion debe ser controlado pues la ingesta de elevadas cantidades puede provocar metahemoglobinemia, también llamada “la enfermedad de los bebés azules” pues los bebés son más sensibles. La metahemoglobinemia ocurre cuando la molécula de hemoglobina se oxida de hierro divalente a hierro trivalente.

El RD 140/2003⁸ de 7 de febrero, por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano en España, establece un límite de 50 mg/L en las aguas de consumo.

Objetivos.

Determinar el contenido de nitratos en muestras de aguas de consumo humano.

Material

- Espectrofotómetro Vis – UV
- Vasos de precipitados
- Matraz Erlenmeyer de 50 mL
- Cubetas de cuarzo
- Matraces aforados de 50 y 1000 mL
- Probeta graduada de 50 mL
- Pipeta graduada de 5 mL
- Pipetas aforadas de 1 y 2 mL

Reactivos.

- Solución patrón de nitrato potásico $7,14 \cdot 10^{-3}$ M: se prepara disolviendo 0,7218 g de nitrato de potasio de alta pureza (previamente desecado en estufa a 100°C durante 24 horas) hasta un volumen total de 1 L en un matraz aforado, rellenando con agua destilada ultrapura.

- Solución de ácido clorhídrico 1N: se prepara diluyendo 82,78 mL de HCl al 37% y de densidad de $1,19 \text{ g/cm}^3$, en un matraz aforado de 1L enrasando con agua destilada ultrapura.

Procedimiento.

Curva de calibrado

Partiendo de la solución patrón de nitrato se preparan cinco estándares de nitrato siguiendo la tabla:

Nº	KNO ₃ (mL)	H ₂ O (mL)	HCl (mL)	NO ₃ ⁻ (mL)	A ₂₂₀	A ₂₇₅	Abs=A ₂₂₀ -2·A ₂₇₅
1	2,0	48,0	1	17,36			
2	1,0	49	1	8,69			
3	0,5	49,5	1	4,34			
4	0,3	49,7	1	2,60			
5	0,1	49,9	1	0,87			
Blanco	0	50	1	0			

Preparación de la muestra problema

Se toman 25 mL de cada muestra problema que se transfieren a matraces Erlenmeyer y se adiciona 0,5 mL de HCl 1 N.

Medida de la absorbancia

Se introduce en primer lugar el blanco (agua destilada ultrapura) y se ajusta a cero. A continuación, se mide la absorbancia a 220 nm y 275 nm de los patrones de la curva de calibrado y de cada una de las muestras.

Cálculos.

En una hoja de cálculo se construye la recta de calibrado con las concentraciones de cada uno de los patrones (en el eje de las x) y las señales obtenidas (en el eje de las y). Se obtiene la ecuación de la recta que une los puntos, y con esta ecuación se obtiene la concentración de fosfato de cada una de las muestras.

Cuestiones.

1. Representar la curva de calibrado obtenida, indicando la ecuación de la recta y la linealidad de la misma.
2. Calcular las concentraciones de iones nitrato en cada una de las muestras de agua indicando las desviaciones estándar y concentraciones medias. Comentar y discutir los resultados.
3. Calcular la ingesta diaria estimada (IDE) de nitrato en las muestras de agua analizadas, suponiendo un consumo diario de 2 L de agua.





**PRÁCTICA 7.
Determinación
espectrofotométrica de
nitritos en aguas de
consumo**

PRÁCTICA 7. Determinación espectrofotométrica de nitritos en aguas de consumo.

Introducción.

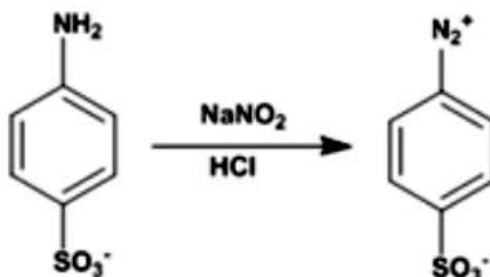
Los nitritos (NO_2^-) son aniones que se encuentran en la naturaleza y en las aguas de forma natural producidos por la oxidación biológica de aminas y amoníaco o, por la reducción anaeróbica de los nitratos.

Además, los nitritos son ampliamente usados como conservantes en los productos cárnicos encontrándose bajo las denominaciones E-249 (nitrito potásico) o E-250 (nitrito sódico).

La presencia de estos iones en las aguas puede deberse, principalmente, a la reducción de los nitratos que proceden de vertidos urbanos y agrícolas.

La elevada ingesta de nitritos puede provocar metahemoglobinemia como consecuencia de la oxidación de la hemoglobina a metahemoglobina lo que conlleva a una reducción del transporte de oxígeno en los tejidos. El RD 140/2003⁹ de 7 de febrero, por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano en España, establece un límite de 50 mg/L en las aguas de consumo.

La determinación de los nitritos en agua puede hacerse mediante el método de Zambelli. Éste se basa en la reacción de los nitritos con ácido sulfanílico en medio acidificado con HCl y en presencia de amonio (NH_4^+) y fenol. Esta reacción da lugar a un complejo coloreado amarillo – pardo que puede ser medido a una longitud de onda de 425 nm.



Objetivos.

Determinar el contenido de nitritos en muestras de aguas de consumo humano.

Material.

- Espectrofotómetro Vis – UV
- Vasos de precipitados
- Matraz Erlenmeyer de 50 mL
- Cubetas de cuarzo
- Matraces aforados de 100 y 1000 mL
- Probeta graduada de 100 mL
- Pipeta graduada de 5 mL
- Pipetas aforadas de 1 y 2 mL

Reactivos.

- Reactivo de Zambelli: en un vaso de precipitados de gran capacidad, se prepara diluyendo 260 mL de ácido clorhídrico (HCl) concentrado al 37% en 500 mL de agua destilada de elevada pureza. Se adicionan 5 gramos de ácido sulfanílico y 7,5 gramos de fenol, se calienta con baño María hasta completa disolución de ambos compuestos. A continuación, se adicionan 135 gramos de NH_4Cl y se disuelven. Finalmente, se deja enfriar a temperatura ambiente y se trasvasa a un matraz aforado de 1 L aforando con agua destilada. La disolución debe almacenarse en frasco de color topacio y en refrigeración para evitar su degradación.

- Solución patrón de nitrito sódico 0,1 mg/L: se prepara disolviendo 149,88 mg de nitrato de sodio en agua destilada hasta un volumen total de 1 L en un matraz aforado, previamente se adiciona 1 mL de cloroformo. Almacenar en frasco de color topacio y en refrigeración.

- Ácido clorhídrico (HCl).
- Amoníaco concentrado.
- Cloroformo.

Procedimiento.

Partiendo de la solución patrón de nitrato se preparan cinco estándares de concentraciones de nitrito comprendidas entre 0,00 – 0,20 mg/L.

Los estándares se transfieren a vasos de precipitados de 100 mL y se adicionan 2 mL de reactivo de Zambelli y se agita la solución, dejando actuar durante 2 minutos. Pasado este tiempo, se añaden 2 mL de amoníaco, se agita la solución y se lee inmediatamente en el espectrofotómetro a 425 nm.

Realizar el mismo procedimiento para el blanco, preparado con agua destilada.

Preparación de la muestra problema

Se toman 50 mL de cada muestra problema que se transfieren a vasos precipitados de 100 mL, se adicionan 2 mL de reactivo de Zambelli, se agita y se deja actuar durante 2 minutos. A continuación, se añaden 2 mL de amoníaco, se agita y se deja reposar durante 5 minutos. Posteriormente, se mide la absorbancia a 425 nm.


Cálculos.

En una hoja de cálculo se construye la recta de calibrado con las concentraciones de cada uno de los patrones (en el eje de las x) y las señales obtenidas (en el eje de las y). Se obtiene la ecuación de la recta que une los puntos, y con esta ecuación se obtiene la concentración de fosfato de cada una de las muestras.

Cuestiones.

1. Representar la curva de calibrado obtenida, indicando la ecuación de la recta y la linealidad de la misma.
2. Calcular las concentraciones de iones nitrito en cada una de las muestras de agua indicando las desviaciones estándar y concentraciones medias. Comentar y discutir los resultados.
3. Calcular la ingesta diaria estimada (IDE) de nitritos en las muestras de agua analizadas, suponiendo un consumo diario de 2 L de agua.





**PRÁCTICA 8.
Determinación
espectrofotométrica de
cromo hexavalente en
aguas de consumo**

PRÁCTICA 8. Determinación espectrofotométrica de cromo hexavalente en aguas de consumo.

Introducción.

El cromo (Cr) es un metal de transición naturalmente presente en la corteza terrestre.

Este elemento es considerado un elemento traza esencial para el ser humano debido a las múltiples funciones que desempeña en el organismo como por ejemplo, el mantenimiento de los niveles normales de glucosa en sangre.

Sin embargo, una ingesta excesiva puede tener graves consecuencias. El cromo puede encontrarse en forma trivalente (Cr^{3+}), esencial para el ser humano, y como cromo hexavalente (Cr^{6+}), tóxico para el ser humano debido a su gran permeabilidad a través de las membranas celulares interaccionando con amino ácidos esenciales y nucleótidos.

Los principales efectos tóxicos derivados de una elevada ingesta de cromo hexavalente son fallo hepático e insuficiencia renal.

Las aguas pueden contener cromo hexavalente procedente de vertidos industriales y residuales, o por contacto con minerales ricos en cromo.

Por los diversos efectos tóxicos del cromo sobre los humanos, el RD 140/2003¹⁰ de 7 de febrero, por el que se establecen los criterios sanitarios de la calidad del agua de consumo humano en España, ha fijado un límite máximo de cromo en aguas de 50 $\mu\text{g/L}$ Objetivo

Determinar el contenido de cromo hexavalente en muestras de aguas de consumo.

Material.

- Espectrofotómetro Vis – UV
- Vasos de precipitados
- Matraz Erlenmeyer de 50 mL
- Cubetas de cuarzo
- Matraces aforados de 100 mL
- Probeta graduada de 50 mL
- Pipeta graduada de 5 mL

Reactivos.

- Alcohol etílico.
- Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4).
- Reactivo de difenilcarbazida: se prepara disolviendo 0,2 gramos de difenilcarbazida en 100 mL de alcohol etílico y se adiciona, en agitación constante, una disolución preparada con 40 mL de H_2SO_4 en 380 mL de agua destilada.
- Dicromato potásico ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).
- Disolución madre de cromo de 50 ppm: se prepara disolviendo 0,1414 gramos de dicromato potásico hasta un volumen de 1 L, enrasando con agua destilada.

Procedimiento.

Preparación de la curva de calibrado

A partir de la solución madre de cromo, se preparan 50 mL de estándares de concentraciones de cromo de 0,1 ppm, 0,2 ppm, 0,3 ppm y 0,4 ppm. Antes de aforar los matraces de 50 mL, se adicionan 2,5 mL del reactivo de difenilcarbazida y se deja actuar durante 15 minutos hasta la aparición de color. Hacer el mismo procedimiento con el blanco, preparado con agua destilada.

A continuación, se realizan las mediciones de la absorbancia a una longitud de onda de 540 nm.

Tratamiento de las muestras.

Se toman 50 mL de la muestra problema y se adicionan 2,5 mL del reactivo de difenilcarbazida, dejando actuar durante 15 minutos. A continuación, se mide la absorbancia.

Cálculos.

En una hoja de cálculo se construye la recta de calibrado con las concentraciones de cada uno de los patrones (en el eje de las x) y las señales obtenidas (en el eje de las y). Se obtiene la ecuación de la recta que une los puntos, y con esta ecuación se obtiene la concentración de fosfato de cada una de las muestras.

Cuestiones.

1. Representar la curva de calibrado obtenida, indicando la ecuación de la recta y la linealidad de la misma.
2. Calcular las concentraciones de cromo hexavalente en cada una de las muestras de agua indicando las desviaciones estándar y concentraciones medias. Comentar y discutir los resultados.
3. Calcular la ingesta diaria estimada (IDE) de cromo hexavalente en las muestras de agua analizadas, suponiendo un consumo diario de 2 L de agua.
4. ¿Cuáles son los principales efectos tóxicos de una intoxicación aguda y crónica por ingesta de cromato?





**PRÁCTICA 9.
Determinación
gravimétrica de residuo
seco del agua de consumo**

PRÁCTICA 9. Determinación gravimétrica de residuo seco del agua de consumo

Introducción.

El residuo seco es la cantidad de sales disueltas que se encuentran en el agua. El agua que se encuentra en manantiales o acuíferos disuelve sales procedentes de las rocas.

El residuo seco se relaciona con el contenido mineral de un agua, éste permite clasificar las aguas en:

- Aguas de mineralización muy débil, cuyo residuo seco es menor a 50 mg/L,
- Aguas de mineralización débil, cuyo residuo seco se encuentra entre 50 mg/L y 500 mg/L. Estas aguas también se denominan como oligometálicas.
- Aguas de mineralización fuerte, cuyo residuo seco es superior a los 500 mg/L.

Objetivos.

Determinar el contenido en sólidos disueltos de muestras de agua de consumo humano.

Material.

- Estufa
- Cápsulas de porcelana de 250 mL
- Balanza analítica
- Desecador
- Matraz aforado de 200 mL
- Probetas

Reactivos.

- Agua destilada de elevada pureza

Procedimiento.

En primer lugar, se pesan las cápsulas de porcelana, previamente limpias y secas. Se miden 200 mL de cada muestra de agua usando un matraz aforado para medir con exactitud el volumen. Seguidamente, se trasvasa la muestra a las cápsulas de porcelana y se introducen en la estufa a una temperatura de 180 °C.

Una vez evaporado todo el contenido líquido, con ayuda de unas pinzas y evitando tocar las cápsulas con la mano, éstas se extraen de la estufa y se dejan en un desecador hasta alcanzar la temperatura ambiente. Una vez alcanzada la temperatura ambiente, se pesan las cápsulas. Este proceso ha de repetirse hasta obtener una medición de peso constante.

Cálculos.

El resultado se expresa como "Residuo Seco en mg/L obtenido a 180°C". Teniendo en cuenta que han sido medidos 200 mL de agua, es necesario aplicar la siguiente fórmula:

$$RS = 5000 \cdot (m - m')$$

Siendo m: peso de la cápsula con el residuo y m': peso de la cápsula vacía

Cuestiones.

1. Indica en una tabla el tipo de muestra y el residuo seco obtenido.
2. Teniendo en cuenta el residuo seco de cada muestra, indica en cada caso el tipo de mineralización.
3. ¿De qué depende la mineralización de un agua?





PRÁCTICA 10.
Determinación de la
dureza total del agua
de consumo

PRÁCTICA 10. Determinación de la dureza total del agua de consumo

Introducción.

La dureza de un agua depende de la cantidad de minerales presentes en el agua ésta se expresa en mg de carbonato cálcico (CaCO_3) por L de agua. La dureza es prácticamente igual a la suma de las concentraciones de $[\text{Ca}^{2+}]$ y $[\text{Mg}^{2+}]$. Es un parámetro de calidad de las aguas que permite su clasificación en aguas duras o blandas.

Atendiendo a la cantidad de carbonato cálcico que contenga un agua, éstas se dividen en:

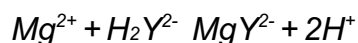
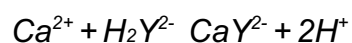
- Agua blanda, aquella cuyo contenido en carbonato cálcico es menor o igual a 75 mg/L.
- Agua levemente dura, aquella cuyo contenido en carbonato cálcico es menor o igual a 60 mg/L.
- Agua moderadamente dura, aquella cuyo contenido en carbonato cálcico es menor o igual a 150 mg/L.
- Agua dura, aquella cuyo contenido en carbonato cálcico es menor o igual a 300 mg/L.
- Agua muy dura, aquella cuyo contenido en carbonato cálcico es mayor a 300 mg/L.

La dureza del agua no se relaciona con efectos perjudiciales sobre la salud pero si está relacionada con el efecto que éstas tienen sobre los materiales.

Las aguas duras pueden dejar depósitos o incrustaciones en las tuberías mientras, las aguas muy blandas pueden ser agresivas con los materiales deteriorándolos.

La determinación de los cationes calcio y magnesio se realiza mediante una valoración complexométrica con EDTA, en la que se producen las siguientes reacciones:

a) Reacción de titulación



b) Reacción indicadora

Mg – Indicador (color rojo, se verá marrón en la muestra problema) + H_2Y^{2-} – MgY^{2-} (incolore) + H-Indicador (color azul, se verá negro en la muestra problema) + H^+

Objetivos.

Determinar la concentración de iones calcio y magnesio en muestras de aguas de consumo.

Material.

- Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- Probeta de 100 mL
- pH – metro
- Balanza analítica
- Matraces aforados de 100 y 250 mL
- Pipetas graduadas de 2 y 10 mL
- Vasos de precipitados

- Bureta
- Placa calefactora

Reactivos.

- Disolución de EDTA- Na_2 dihidratado 0,01 M (ácido etilen-diamino-tetraacético)
- Oxalato de sodio
- Cloruro amónico (NH_4Cl)
- Negro de eriocromo T
- Hidróxido sódico (NaOH) 1 M
- Ácido clorhídrico (HCl) 1 M
- Amoníaco concentrado
- Rojo de metilo

- Disolución buffer de pH 10: se prepara disolviendo 3,4 gramos de cloruro amónico en 150 mL de agua destilada de elevada pureza. Posteriormente, en una campana extractora se añaden 30 mL de amoníaco concentrado y se enrasa hasta un volumen total de 250 mL en un matraz aforado. Se comprueba el pH con un pH-metro.

Procedimiento.

En una bureta se coloca la disolución de EDTA 0,01 M, se enrasa la bureta y se eliminan las burbujas de aire. Posteriormente, se colocan 100 mL de la muestra problema en un matraz Erlenmeyer y se adicionan unas gotas de rojo de metilo. La solución tomará un color amarillo. Seguidamente, con una pipeta se añade 1 mL de HCl 1 M, tornando a un color rojo.

Se hierva suavemente el contenido para eliminar carbonatos en forma de dióxido de carbono (CO_2). En caso en que el color rojo pase a amarillo nuevamente, se debe adicionar unas gotas más de HCl .

Una vez que la muestra llega a ebullición, se debe retirar de la fuente de calor y dejar enfriar. A continuación, se adiciona NaOH 1 M hasta que el indicador vire a amarillo para neutralizar la solución.

Por último, se adicionan 2 mL de la disolución buffer y unas gotas del indicador negro de eriocromo T y se comienza la valoración hasta el viraje de marrón a verde oscuro.

Cálculos.

Los miliequivalentes de EDTA son iguales a los miliequivalentes del carbonato cálcico, por lo que:

$$\text{meq EDTA} = \text{mg CaCO}_3 / \text{Peq CaCO}_3$$

Siendo meq EDTA: volumen de la valoración (L) · molaridad (mol/L) y Peq: 100,1 g/mol

Cuestiones.

1. Indica los volúmenes de EDTA consumidos en cada una de las determinaciones.

2. Teniendo en cuenta el contenido en carbonato cálcico (mg/L), ¿cómo clasificarías las muestras de agua analizadas?

3. Indica las consecuencias de las aguas duras y las aguas blandas.





ANEXOS

ANEXO I. VALORES DE INGESTA RECOMENDADA Y MÁXIMAS

Tabla 1. Valores de ingesta recomendada y máximas

	Ingesta Recomendada Diaria (IDR)	Ingesta Diaria Admisible (IDA)	Referencia
F ⁻	- Niños (4 a 8 años): 1 mg/día - Hombres: 4 mg/día - Mujeres: 3 mg/día	- Niños (4 a 8 años): 2,2 mg/día - Hombres: 10 mg/día - Mujeres: 10 mg/día	IOM, 2004 ¹¹
Cl ⁻	- Niños: 1900 mg/día - Hombres: 2300 mg/día - Mujeres: 2300 mg/día	No se establece	FESNAD, 2010 ¹²
Cr ⁶⁺	No es esencial	2,8 µg/kg peso corporal/día ^a	EFSA, 2014 ¹³
PO ₄ ³⁻	- Niños: 250 – 640 mg/día - Adultos: 550 mg/día	No se establece	EFSA, 2015 ¹⁴
NO ₃ ⁻	No es esencial	3,7 mg/kg peso corporal/día	EFSA, 2008 ¹⁵
NO ₂ ⁻	No es esencial	0,6 mg/kg peso corporal/día	EFSA, 2017 ¹⁶

^a Ingesta diaria tolerable (IDT)

¹¹ IOM (2004) Institute of Medicine, Food and Nutrition Board. Dietary reference intakes (DRIs): recommended intakes for individuals, elements. National Academy Press, Washington, DC

¹² FESNAD (2010) Ingestas Dietéticas de Referencia (IDR) para la Población Española, 2010. Actividad Dietética 14(4): 196-197

¹³ EFSA (2014) Scientific opinion on the risks to public health related to the presence of chromium in food and drinking water. EFSA Journal 12(3): 3595

¹⁴ EFSA (2015) Scientific Opinion on Dietary Reference Values for phosphorus. EFSA Journal 13(7): 4185

¹⁵ EFSA (2008) Nitrate in vegetables. Scientific Opinion of the Panel on Contaminants in the Food chain. EFSA Journal 689: 1-79

¹⁶ EFSA (2017) Re-evaluation of potassium nitrite (E 249) and sodium nitrite (E 250) as food additives. EFSA Journal. 15(6): 4786

ANEXO II. VALORES PARAMÉTRICOS DE LAS AGUAS DE CONSUMO HUMANO FIJADOS POR EL RD 140/2003

	Valor paramétrico¹
Fluoruro	1,5 mg/L
Cloruro	250 mg/L
Cromo	50 µg/L
Nitratos	50 mg/L
Nitritos	50 mg/L
Oxidabilidad	5,0 mg O ₂ /L

TABLA PERIODICA DE ELEMENTOS

1	2	3	4	5	6	7																																																																																	
1 H HIDROGENO 1, -1 -252.7 0.0709 1.00797 2.1 PESO ATOMICO ELECTRONEGATIVIDAD	2 He HELIO 0.000548 4.0026 4.0026	3 Li LITIO 1, -1 1300 1.396 0.03793 6.941 2.1 PESO ATOMICO ELECTRONEGATIVIDAD	4 Be BERILIO 2 1300 1.985 0.05494 9.0122 9.0122	5 B BORO 3 2860 2.081 2.31 10.811 2.0 PESO ATOMICO ELECTRONEGATIVIDAD	6 C CARBONO 2, -4 3500 2.55 12.011 2.5 12.011	7 N NITROGENO 3 2730 3.04 14.006 3.0 14.006	8 O OXIGENO -2 3000 3.44 15.999 3.5 15.999	9 F FLUOR -1 2800 4.0 18.998 4.0 18.998	10 Ne NEON 0.001013 20.180 20.180	11 Na SODIO 1 978 0.975 22.990 0.9 22.990	12 Mg MAGNESIO 2 900 1.31 24.305 1.2 24.305	13 Al ALUMINIO 3 933 1.61 26.982 1.5 26.982	14 Si SILICIO 4 1410 1.90 28.086 1.8 28.086	15 P FOSFORO 3 2540 2.19 30.974 2.1 30.974	16 S AZUFRE -2 2540 2.55 32.065 2.5 32.065	17 Cl CLORO -1 2540 3.16 35.453 3.2 35.453	18 Ar ARGON 0.000548 39.948 39.948	19 K POTASIO 1 349 0.85 39.098 0.8 39.098	20 Ca CALCIO 2 840 1.00 40.078 1.0 40.078	21 Sc ESCANDIO 3 1500 1.36 44.956 1.3 44.956	22 Ti TITANIO 3, 4 1660 1.54 47.88 1.5 47.88	23 V VANADIO 3, 4 1900 1.81 50.942 1.8 50.942	24 Cr CROMO 2, 3, 6 1900 1.66 51.996 1.6 51.996	25 Mn MANGANESO 2, 3, 4, 6, 7 1500 1.55 54.938 1.5 54.938	26 Fe HIERRO 2, 3 1500 1.83 55.847 1.8 55.847	27 Co COBALTO 2, 3 1400 1.88 58.933 1.8 58.933	28 Ni NIQUEL 2, 3 1450 1.91 58.71 1.9 58.71	29 Cu COBRE 1, 2 1080 1.90 63.546 1.9 63.546	30 Zn ZINC 2 700 1.65 65.38 1.6 65.38	31 Ga GALIO 3 300 1.81 69.723 1.6 69.723	32 Ge GERMANIO 4 1000 2.01 72.630 1.8 72.630	33 As ARSENICO 3, 5 400 2.02 74.922 2.0 74.922	34 Se SELENO -2, 4, 6 400 2.55 78.96 2.4 78.96	35 Br BROMO -1 270 2.96 79.904 2.5 79.904	36 Kr KRIPTON 0.000351 83.80 83.80	37 Rb RUBIDIO 1 85.468 0.82 85.468 0.8 85.468	38 Sr ESTRONCIO 2 770 1.00 87.62 1.0 87.62	39 Y ITRIO 3 1500 1.36 88.906 1.3 88.906	40 Zr ZIRCONIO 3, 4 1600 1.54 91.224 1.4 91.224	41 Nb NIOBIO 3, 5 1400 1.63 92.906 1.5 92.906	42 Mo MOLIBDENO 2, 3, 4, 5, 6 1500 1.82 95.94 1.6 95.94	43 Tc TECNICIO 7 1500 1.90 97.907 1.9 97.907	44 Ru RUTENIO 2, 3, 4, 6, 8 1500 2.20 101.07 2.2 101.07	45 Rh RODO 3, 4, 6, 8 1500 2.28 102.905 2.2 102.905	46 Pd PALADIO 2, 4 1400 2.20 106.42 2.2 106.42	47 Ag PLATA 1, 2 1000 1.93 107.87 1.9 107.87	48 Cd CADMIO 2 400 1.69 112.411 1.7 112.411	49 In INDIO 3 300 1.78 114.818 1.8 114.818	50 Sn ESTAÑO 2, 4 300 1.89 118.710 1.9 118.710	51 Sb ANTIMONIO 3, 5 400 2.02 121.757 2.0 121.757	52 Te TELURO -2, 4, 6 400 2.1 127.60 2.1 127.60	53 I YODO -1 270 2.5 126.905 2.5 126.905	54 Xe XENON 0.000548 131.30 131.30	55 Cs CESIO 1 280 0.79 132.905 0.8 132.905	56 Ba BARIO 2 700 1.00 137.327 1.0 137.327	57 La LANTANIO 3 1500 1.1 138.905 1.1 138.905	58 Ce CERIO 3, 4 700 1.1 140.908 1.1 140.908	59 Pr PRASEODIMIO 3, 4 700 1.1 140.908 1.1 140.908	60 Nd NIOBIO 3, 4 700 1.1 144.242 1.2 144.242	61 Pm PROMETIO 3 1000 1.27 144.913 1.3 144.913	62 Sm SAMARIO 2, 3 1000 1.27 150.36 1.2 150.36	63 Eu EUROPIO 2, 3 1000 1.27 151.964 1.2 151.964	64 Gd GADOLINO 3 1000 1.27 157.25 1.2 157.25	65 Tb TERBIO 3, 4 1000 1.27 158.925 1.2 158.925	66 Dy DISPROSIO 3 1000 1.27 162.50 1.2 162.50	67 Ho HOLMIO 3 1000 1.27 164.930 1.2 164.930	68 Er ERBIO 3 1000 1.27 167.259 1.2 167.259	69 Tm TULIO 3 1000 1.27 168.934 1.2 168.934	70 Yb YTERBIO 2, 3 1000 1.27 173.054 1.1 173.054	71 Lu LUTECIO 3 1000 1.27 174.967 1.2 174.967	72 Fr FRANCO 1 200 0.7 223.019 0.8 223.019	73 Ra RADIO 2 200 0.8 226.025 0.9 226.025	74 Ac ACTINIO 3 1000 1.1 227.033 1.1 227.033	75 Th TORIO 4 1700 1.1 232.038 1.2 232.038	76 Pa PROTACTINIO 4, 5 1700 1.1 231.036 1.2 231.036	77 U URANIO 3, 4, 5, 6 1700 1.1 238.029 1.2 238.029	78 Np NEPTUNIO 3, 4, 5, 6 1700 1.1 237.048 1.2 237.048	79 Pu PLUTONIO 3, 4, 5, 6 1700 1.1 244.064 1.2 244.064	80 Am AMERICIO 3, 4, 5, 6 1700 1.1 243.061 1.2 243.061	81 Cm CURCIO 3 1700 1.1 247.070 1.2 247.070	82 Bk BERKELIO 3, 4 1700 1.1 247.070 1.2 247.070	83 Cf CALIFORNIO 3 1700 1.1 251.083 1.2 251.083	84 Es ENSTENIO 3 1700 1.1 252.083 1.2 252.083	85 Fm FERMIUM 3 1700 1.1 257.105 1.2 257.105	86 Md MENDELIVIO 3 1700 1.1 288.106 1.2 288.106	87 No NOBELIO 3 1700 1.1 289.103 1.2 289.103	88 Lr LAWRENCIO 3 1700 1.1 260.107 1.2 260.107

LANTANIDOS

ACTINIDOS



ABREVIATURAS

EFSA: European Food Safety Authority

FESNAD: Federación Española de Sociedades de Nutrición,
Alimentación y Dietética

IDA: Ingesta diaria admisible

IDE: Ingesta diaria estimada

IDR: Ingesta diaria recomendada

IDT: Ingesta diaria tolerable

IOM: Institute of Medicine

M: molaridad

meq: miliequivalentes

N: normalidad

nm: nanómetros

Peq: peso equivalente

PM: peso molecular

ppm: partes por millón

RD: Real Decreto

RS: Residuo seco

Vis – UV: Visible – ultravioleta

MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO

