

## Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas

Laboratorio de Sistemas Ambientales



Código: PCUTP-CIHH-LSA-218-2006 Revisión:01 Fecha: 31/05/2006

Página: 1 de 7

### Procedimiento para la Medición de Hierro Total

1. Introducción: El hierro crea problemas en suministro de agua, estos problemas son más comunes en aguas subterráneas y en aguas del hipolimnio anaeróbico de los lagos estratificados y en algunos casos de aguas superficiales de lagos y ríos. Puede presentarse como sulfuro de hierro o como carbonato ferroso. El hierro entra en solución en el agua por la acción biológica.

La prueba de medición de hierro total para llevarse a cabo requiere de digestión para la determinación de contenido en la muestra del liquido a investigar.

- **2. Objetivo del procedimiento:** Determinar la cantidad de hierro total en las muestras de agua potable, servidas (aguas negras), aguas salinas o de mar; y también comprobar si el cliente cumple con las Normas establecidas por el país, al igual que conocer si toma las medidas pertinentes del caso.
- **3.** Campo de aplicación: Lab. de Sistemas Ambientales / CIHH.

### 4. Definiciones:

- **Blanco:** Muestra liquida a analizar; es un control.
- **Espectrofotómetro:** Instrumento usado en la física óptica que sirve para medir, en función de la longitud de onda, la relación entre valores de una misma magnitud fotométrica relativos a dos haces de radiaciones.
- **Reactivos:** Sustancia que se emplea para descubrir la presencia de otra.
- **Vial:** Tubo de ensayo o frasquito destinado a contener una sustancia, del cual se van extrayendo las dosis convenientes.

#### 5. Abreviaturas:

• **Fe:** Hierro

• °C: Grados Centígrados

• mL: mililitro

• mg/L: Miligramos por litro

• hr: Horas

• **mm:** Milímetro

• **min:** Minutos

• LSA: Lab. de Sistemas Ambientales



## Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas

Laboratorio de Sistemas Ambientales



Código: PCUTP-CIHH-LSA-218-2006 Revisión:01 Fecha: 31/05/2006

Página: 2 de 7

## Procedimiento para la Medición de Hierro Total

#### 6. Referencias:

- Adaptado de Standard Methods for Examination of water and waste water.
- Federal Register, June 27, 1980; 45 (126:43459).
- HACH método 8008-Método Ferrover, rango 0.02 3.00 mg/L Fe.
- Norma Técnica DGNTI-COPANIT 35-2000, Aguas Descargas de efluentes líquidos directamente a cuerpos y masa de aguas superficiales y subterráneas.
- Norma Técnica DGNTI-COPANIT 39-2000, Aguas Descargas de efluentes líquidos directamente a sistemas de recolección de aguas residuales.
- Este procedimiento es aprobado por USEPA para el análisis de aguas residuales.

### 7. Equipos y herramientas:

- Viales o tubos de ensayos
- Adaptadores.
- Vaso químico.
- Espectrofotómetro
- Reactivos
- Guantes
- Bata de Laboratorio
- Mascarilla
- Botas o calzado adecuado

### 8. Requisitos de las muestras:

- Una vez tomadas las muestras en campo, por un personal idóneo del CIHH, estas deben ser mantenidas en un lugar y ambiente seguro, para que no sufran alteraciones, y ser trasladadas al laboratorio donde se le realizaran las pruebas.
- Dichas muestras, deben ser manejadas con precaución, debido a que si está, no se preserva a una temperatura de 4°C, puede alterar la lectura o mediciones de las mismas.
- Las muestras deben cumplir estrictamente, el procedimiento de medición de hierro total, Fe (método 8008) en cuanto a enfriamiento, reposo y mediciones necesarias.
- Esta prueba necesita de una digestión previa, para su realización.
- Para la medición de cada muestra, se debe calibrar el equipo (Espectrofótometro) a 0.00 mg/L de Fe, y asegurarse que el vial no contiene ninguna huella que pueda afectar la medición o lectura de la muestra.



## Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas

Laboratorio de Sistemas Ambientales



Código: PCUTP-CIHH-LSA-218-2006 Revisión:01 Fecha:

31/05/2006 Página: 3 de 7

### Procedimiento para la Medición de Hierro Total

### 9. Descripción o metodología del Procedimiento:

El analista de pruebas del CIHH, al iniciar la prueba debe tomar las medidas necesarias de seguridad utilizando la vestimenta adecuada (Bata, guantes, mascarilla, calzado), luego procede a revisar, verificar que el equipo y las herramientas para la generación de la prueba este disponible y en buenas condiciones para dar inicio a la prueba de medición de hierro total.

### • Procedimiento de la Prueba de Hierro Total:

- 1. (HACH método 8008-Método Ferrover, rango 0.02 3.00 mg/L Fe, temperatura de trabajo 15 25°C)
- a. Elija Hach Programs, seleccionando 265 Iron, Ferrover.
- b. Tome un vial y llénelo con 10mL de la muestra.
- c. Agregue el contenido de un sobre de Ferrover Iron a la muestra, agítelo y mezcle.
- d. Programe el temporizador por un periodo de reacción de tres (3) minutos (si la muestra tiene oxidante, deje reaccionar por alrededor de cinco (5) minutos).
- e. Tome otros 10 mL de la muestra (este será el blanco).
- f. Cuando el reloj marque el tiempo, coloque el blanco en el espectrofotómetro y lea a cero (0.00 mg/L Fe).
- g. Proceda a leer la muestra, los resultados serán expresados en mg/L Fe.
- h. Finalmente, el analista de prueba, remite los datos tomados de las muestras, a su jefe inmediato y este genera un análisis o informe detallado, el cual remite al director del CIHH, para su revisión y posteriormente este lo revisa, y devuelve al LSA para cualquier corrección y/o envió al cliente, estos tramites conllevan copias para su respectivos archivos.



# Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas

Laboratorio de Sistemas Ambientales



Código: PCUTP-CIHH-LSA-218-2006 Revisión:01 Fecha: 31/05/2006

Página: 4 de 7

# Procedimiento para la Medición de Hierro Total

### • Interferencias:

Interferencias de	Nivel de Interferencias y Tratamiento							
Sustancias	·							
Cloruro, Cl	No afecta por debajo de 185,000 mg/L							
Calcio, Ca <sup>2+</sup>	No afecta por debajo de 10,000 mg/L como CaCO <sub>3</sub>							
Cobre, Cu <sup>2+</sup>	No afecta							
Niveles alto de hierro	Inhibe el color desarrollado. Se diluye la muestra y se verifican los resultados.							
Oxido de hierro	Requiere una digestión media, después de la digestión, ajuste el pH 3-5 con hidróxido de sodio, para analizar.							
Magnesio	No afecta hasta 100,000 mg/L como carbonato de calcio.							
Molibdato / Molibdeno	No afecta hasta 50 mg/L como Mo.							
Niveles altos de Sulfuro S <sup>2-</sup>	<ol> <li>Proceda en un área ventilada, adicionar 5mL de ácido clorhídrico, para una muestra de 100mL en un elenmeyer de 250mL, hierva por 20 minutos.</li> <li>Enfríe y ajuste el pH de 3-5 con NaOH. Reajuste el volumen para 100 mL con agua destilada.</li> <li>Analice.</li> </ol>							
Turbidez	<ol> <li>Agregue 0.1g de Rover Rust Remover para el blanco, mezcle y agite.</li> <li>Coloque en cero para el blanco.</li> <li>Si la muestra posee turbidez, agregue 0.2 gramos de Rover Rust Remove a 75 mL de la muestra.</li> <li>Filtre.</li> <li>Use el filtrado para realizar la prueba.</li> </ol>							
pH extremos	Ajuste el pH de 3-5.							
Muestras con								
amortiguadores altos	1. June 0. P. 1 de 0 0 .							



## Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas





Código: PCUTP-CIHH-LSA-218-2006 Revisión:01 Fecha: 31/05/2006

Página: 5 de 7

# Procedimiento para la Medición de Hierro Total

#### 10. Cálculo de los resultados:

 $X_0$  = Vial Blanco (muestra liquida a analizar)

 $X_{1}$  ...  $X_{n}$  = Vial con muestra (Reactivo más agua servida, potable, o salina de mar).

N = Cantidades de veces en la que se mide la misma muestra o vial.

Promedio de la muestra.  $X_1 = X_{1.1} + X_{1.2} + ... + X_{1.N} / N$ 

### 11. Seguridad:

**Nota:** "Esta Norma no cubre el cumplimiento de las actividades de un laboratorio con relevantes requisitos legales y de seguridad, los cuales no se incluyen en el alcance del laboratorio". Norma 17025.

### 12. Formatos utilizados. Ninguno.

#### 13. Anexos.

- Informes y hojas de registro de muestras.
- Digestión para la Prueba de Hierro Total (ACUTP-CIHH-LSA-218-2006).

### 14. Manejo y archivo de procedimientos:

Este procedimiento se debe mantener dentro del Manual de Instrucciones (procedimientos específicos para pruebas o ensayos) del Laboratorio de Sistemas Ambientales del Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas. El mismo será manejado como referencia o consulta al realizar dicha prueba.

Fecha de actualización: 24/10/2005. Documento	itado por: Ing	g. Cecibel	Torres	Molinares.	Ofic.	de	Calidad
Institucional. Licdo. Kleveer Espino. Centro de Ir	nvestigaciones	Hidráulicas	e Hidro	técnicas (LS	SA)		
<del></del>							
Licdo. Alexander Esquivel			_	k Vallester			
Coordinador del LSA		]	Director	del CIHH			

Rev.01



## Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas





Código: ACUTP-CIHH-LSA-218-2006 Revisión:01 Fecha: 31/05/2006

Página: 6 de 7

### Procedimiento para la Medición de Hierro Total

### 13. Anexos. Digestión para la Prueba de Hierro Total (ACUTP-CIHH-LSA-218-2006).

### a. Digestión media con plato caliente para análisis únicos de metales (EPA).

- 1. Hay que acidificar la muestra en el momento de la colecta con ácido nítrico concentrado, adicionando 5 mL del ácido por litro a la muestra.
- 2. Transfiera 100 mL de la muestra bien mezclada a un frasco. Adicione 5 mL del ácido clorhídrico destilado 1: 1.
- 3. Caliente usando el plato caliente hasta reducir el volumen a 15-20 mL. asegúrese que la muestra no este hirviendo.
- 4. Después del tratamiento, la muestra debe ser filtrada para remover algún material insoluble.
- 5. Ajuste la muestra liquida a un pH = 4 por adición de gota a gota de NaOH 5.0 N. Mezcle vigorosamente y verifique el pH después de cada adición.
- 6. Transferir cuantitativamente una muestra de agua destilada a un tubo volumétrico de 100 mL continúe el proceso. La digestión media no será suficiente para todos los tipos de muestras.

### b. Digestión fuerte con plato caliente para análisis de metales solamente (EPA).

Una digestión rigurosa puede ser seguida por una ruptura órgano-metálica.

- 1. Hay que acidificar la muestra con ácido nítrico 1:1 a un pH por debajo de 2. No filtre la muestra después de la digestión.
- 2. Transfiera un apropiado volumen dentro de un vaso químico y agregue 3 mL de ácido Nítrico concentrado.
- 3. Tome el vaso químico y colóquelo en el plato caliente y evapore cercano al secado, asegúrese que la muestra no esta hirviendo.
- 4. Enfríe el vaso químico y adicione 3 mL de ácido nítrico concentrado.
- 5. Cubra el vaso químico con un vidrio reloj y regréselo al plato caliente. Incremente la temperatura del plato caliente para que ocurra la reacción. Adicione ácido de ser necesario,



## Centro de Investigaciones Hidráulicas e Hidrotécnicas





Código: ACUTP-CIHH-LSA-218-2006 Revisión:01 Fecha: 31/05/2006

Página: 7 de 7

## Procedimiento para la Medición de Hierro Total

13. Anexos. Digestión para la Prueba de Hierro Total (ACUTP-CIHH-LSA-218-2006).

- b. Digestión fuerte con plato caliente para análisis de metales solamente (EPA).
- 5. hasta completar la digestión (indicando generalmente con un color tenue o no cambia de color
- 6. Evapore hasta el secado y enfríe el vaso químico. Si no hay residuos o precipitados resultados de la evaporación , adicione ácido clorhídrico (5mL por cada 100 mL de volumen final Ver tabla).
- 7. Caliente el vaso químico. Adicione 5 mL de hidróxido de sodio 5.0N y transfiera cuantitativamente una muestra con agua destilada a un frasco volumétrico ( ver tabla del manual) después llévelo hasta el volumen final.
- 8. Ajuste el pH a 4 adicionando gota a gota NaOH 5N, mezcle vigorosamente y verifique el pH después de cada adición. Diluya un volumen con agua destilada. Multiplique el resultado por un valor de corrección de la tabla.

Concentración	Vol. De Muestra	Vol. Sugerido de	Vol. sugerido	Factor de	
del metal	sugerido para la	HCL 1:1	después de la	corrección	
	digestión		digestión		
1 mg/L	50 mL	10 mL	200 mL	4	
10 mg/L	5 mL	10 mL	200 mL	40	
100 mg/L	1 mL	25 mL	500 mL	500	