



**pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA**

TÍTULO: **pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA**

CÓDIGO: TP0080

VERSIÓN: 03

COPIA N°: \_\_\_\_\_

ELABORADO POR:

\_\_\_\_\_  
JOSE GUSTAVO AFANADOR B.  
TECNOLOGO

REVISADO Y  
ACTUALIZADO POR:

\_\_\_\_\_  
MARIA STELLA GAITAN  
ING. DE ALIMENTOS

APROBADO POR:

\_\_\_\_\_  
MARTA ELENA DUQUE S.  
COORDINADORA GLCA

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

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia  SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0080	Fecha de elaboración: 28/09/2007	Versión: 03	Página 1 de 7
	<b>pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA</b>			

## DETERMINACION DE pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA

### 1. INTRODUCCIÓN

El término pH es una forma de expresar la concentración de ión hidrógeno o , mas exactamente, la actividad del ión hidrógeno. En general se usa para expresar la intensidad de la condición ácida o alcalina de una solución , sin que esto quiera decir que mida la acidez total o la alcalinidad total. En el suministro de aguas es un factor que debe considerarse con respecto a la coagulación química, la desinfección, el ablandamiento y el control de corrosión. En las plantas de tratamiento de aguas residuales que emplean procesos biológicos, el pH debe controlarse dentro de un intervalo favorable a los organismos. Tanto por estos factores como por la relaciones que existen entre pH, alcalinidad y acidez es importante entender los aspectos teóricos y prácticos del pH.

El principio básico de la medida electrométrica del pH se fundamenta en el registro potenciométrico de la actividad de los iones hidrógeno por el uso de un electrodo de vidrio y un electrodo de referencia, o un electrodo combinado. La fuerza electromotriz (fem) producida por el sistema electroquímico varía linealmente con el pH y puede verificarse por la obtención de una gráfica de pH vs. fem para diferentes soluciones de pH conocido. El pH de la muestra se determina por interpolación. Casi todos los aparatos usados hoy en día utilizan el electrodo de vidrio, en combinación con un electrodo de calomel, empleado como electrodo de referencia, para medir el pH. El potencial entre los electrodos es proporcional a la concentración de iones hidrógeno en solución. El sistema de electrodos se calibra siempre con soluciones de pH conocido. De acuerdo con el fabricante y el tipo de medidor de pH, cada aparato posee sus propias características e instrucciones de uso.

*El instrumento de medida del pH* está constituido por un potenciómetro, un electrodo de vidrio, un electrodo de referencia y un mecanismo compensador de temperatura; cuando se sumergen los electrodos en la solución problema se completa el circuito. Para trabajos de rutina usar instrumentos con exactitud y reproducibilidad de 0,1 unidades de pH en un rango de 0 a 14 y equipados con un compensador de temperatura *Electrodo de referencia*, consiste en una semicelda que provee un potencial de electrodo constante; los más comúnmente usados son electrodos de calomel y plata: cloruro de plata. Seguir las recomendaciones del fabricante para el uso y cuidado del electrodo de referencia. Llenar los electrodos no sellados con el electrolito correcto hasta el nivel debido y asegurarse de que la unión esté humedecida.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia  SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0080	Fecha de elaboración: 28/09/2007	Versión: 03	Página 1 de 7
	<b>pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA</b>			

*Electrodo de vidrio.* El electrodo sensor es un bulbo de vidrio especial que contiene una concentración fija de HCl o una solución tamponada de cloruro en contacto con un electrodo de referencia interno. Los electrodos combinados incorporan los electrodos de vidrio y de referencia en uno solo.

Utilizar un electrodo especial de error bajo de sodio, “*low sodium error*”, que puede operar a altas temperaturas para mediciones de pH mayores de 10, los electrodos estándar de vidrio producen valores bajos. Para medir pH inferiores a 1 emplear una membrana líquida, los electrodos estándar de vidrio producen valores altos.

El método es aplicable a aguas potables, superficiales, y salinas, aguas residuales domésticas e industriales y lluvia ácida.

## 2. DEFINICIONES

fem fuerza electromotriz

pH potencial de hidrógeno

## 3. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Revise antes de iniciar la práctica el Manual de Higiene Seguridad y las Hojas de Seguridad , que reposan en los AZ, en el mueble de la entrada en el área de recepción de muestras. Estas hojas de seguridad también puede encontrarlas, en el PSO en el puesto de trabajo.

En el desarrollo de todos los análisis utilice de manera obligatoria los siguientes implementos de seguridad: bata, guantes , respirador para ácidos , gafas protectoras, zapatos antideslizantes.

## 4. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

El electrodo de vidrio está libre de interferencias debidas a color, turbidez, material coloidal, oxidantes, reductores o alta salinidad, excepto para interferencias del ion sodio en soluciones de pH mayor de 10; este error se reduce con la utilización de electrodos especiales (“error bajo de sodio, *low sodium error*”).

Las capas de materiales aceitosos presentes en algunos tipos de aguas pueden disminuir la respuesta del electrodo. Se limpian suavemente con un paño o mediante lavado con detergente y enjuague con agua destilada. Puede ser necesario un tratamiento adicional con HCl 1+9 para remover la película remanente.



## pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA

Las mediciones de pH varían con la temperatura en dos formas: por efectos mecánicos causados por cambios en las propiedades de los electrodos y por efectos químicos producidos por alteración de las constantes de equilibrio. En el primer caso, se incrementa la pendiente de la ecuación de Nernst con el aumento de temperatura y los electrodos requieren de un mayor tiempo para lograr el equilibrio térmico. Este efecto provoca cambios significativos en el pH. Debido a que los equilibrios químicos afectan el pH, los estándares para preparar las soluciones tampón tienen pH específico a la temperatura indicada. Reportar siempre la temperatura a la cual se mide el pH. La mayoría de los instrumentos de medida del pH están equipados con compensadores de temperatura que corrigen los errores del primer tipo, pero la medición sólo puede mostrar el pH a la temperatura de la medida.

### 5. RESULTADOS DE LA VALIDACIÓN DEL MÉTODO

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

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

### 6. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

Las muestras deben ser analizadas inmediatamente, preferiblemente en el campo después de obtener la muestra.

Las aguas de alta pureza y las aguas que no están en equilibrio con la atmósfera, están sujetas a cambios cuando se exponen a la atmósfera, por lo cual los frascos de muestra deben llenarse completamente y mantenerse sellados hasta el análisis.

### 7. APARATOS REACTIVOS Y MATERIALES

#### 7.1 Aparatos

- Potenciómetro Orion 520

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia  SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0080	Fecha de elaboración: 28/09/2007	Versión: 03	Página 1 de 7
	<b>pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA</b>			

## 7.2 Reactivos

Solicite los reactivos diligenciando el formato FE0041.

- Ampollas o titrisol de pH 7,00 y 4,00 trazables
- Soluciones de pH 7,00 y 4,00 trazables

## 7.3 Materiales

- Balones aforados clase A de 1000 mL.
- Vasos. vasos de vidrio de 100 mL
- *Agitador.* Usar un agitador magnético con barra agitadora recubierta de TFE.

## 8. PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA DE VIDRIERÍA

Lave toda la vidriería con jabón neutro, enjuague con agua de la llave y posteriormente enjuague exhaustivamente con agua desionizada. Revise el Procedimiento TP0125. Lavado material de vidrio.

## 9. PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES

- Para preparar las soluciones siga las instrucciones de la ampolla, transfiriendo cuantitativamente el contenido a un balón aforado de 1000 mL o de 500 mL, que contiene 200 mL de agua Ultrapura, completar a volumen.
- Los estándares de control son los mismos que se utilizan en la calibración y su lectura se reporta en el formato TF0020

## 10. PROCEDIMIENTO DE ANÁLISIS

### 10.1 Calibración Instrumental

- Seguir las instrucciones que se encuentran en el instructivo situado en la pared frente al equipo.
- Registrar en el formato TF0020 la temperatura de medición y el valor del pH de la solución tampón.
- El propósito de la estandarización es ajustar la respuesta del electrodo de vidrio al instrumento. El equipo debe ser calibrado semanalmente, si se desconecta de la red de energía o hay fallas de fluido eléctrico el valor de la pendiente cambia por lo tanto debe calibrarse nuevamente el equipo.

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia  SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0080	Fecha de elaboración: 28/09/2007	Versión: 03	Página 1 de 7
	<b>pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA</b>			

## 10.2 Tratamiento de la muestra

Establecer el equilibrio entre los electrodos y la muestra agitándola para garantizar la homogeneización; agitar lentamente para minimizar la incorporación de dióxido de carbono.

Para muestras tamponadas o con alta fuerza iónica, acondicionar los electrodos dejándolos dentro de la muestra por un minuto. Sacar una porción fresca de la misma muestra y leer el pH. Con soluciones diluidas o débilmente tamponadas, equilibrar los electrodos sumergiéndolos en tres o cuatro porciones sucesivas de muestra. Tomar una muestra fresca para medir el pH.

## 11. PROCESAMIENTO DE DATOS Y CÁLCULO DE RESULTADOS

Para instrumentos con compensación automática de temperatura y lectura directa en unidades de pH, la lectura se corrige automáticamente para 25°C. Reportar la lectura obtenida en el equipo, reportar en unidades de pH, con dos cifras significativas.

## 12. CONTROL DE CALIDAD Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Antes de realizar una medición siempre confirme en el pH metro, que la pendiente del equipo esté entre 92 y 102%. Adicionalmente, verificar que coincida con el dato registrado en el formato TF0020 de la calibración inmediatamente anterior.

Analizan muestras ciegas, o muestras certificadas internacionalmente que permiten evaluar la reproducibilidad, precisión y exactitud interlaboratorios.

Registre el valor de la pendiente en la carta de control para la determinación del pH. Consigne las iniciales del analista y la fecha de análisis en las celdas correspondientes y grafique el valor de la concentración real del analito.

Cuando la pendiente no cumple con los límites aceptados, revise todo el procedimiento para determinar que ocurre. No realice más análisis hasta verificar que sucede, comuníquelo la anomalía al oficial de calidad y revise, inicie nuevamente la marcha analítica cuando el oficial de calidad lo ordene.

Mantenga el electrodo con solución de KCl máximo 1 cm. por debajo del orificio que se encuentra, en la parte superior del mismo, no permita la formación de cristales de KCl dentro del electrodo, cuando no esté en uso cubra el orificio con

	Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial – República de Colombia  SUBDIRECCIÓN DE HIDROLOGÍA - GRUPO LABORATORIO DE CALIDAD AMBIENTAL			
	Código: TP0080	Fecha de elaboración: 28/09/2007	Versión: 03	Página 1 de 7
	<b>pH EN AGUA POR ELECTROMETRIA</b>			

la banda de caucho, desplácelo cuidadosamente, humedeciendo la banda (recuerde que el cuerpo del electrodo es de vidrio).

### 13. BIBLIOGRAFIA

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. *American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation*. 21ed., United States of America, 2005.
- Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes. United States Environmental Protection Agency. Cincinnati, 1983.
- RODIER, J. Análisis de Aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Omega, Barcelona, 1981.
- SAWYER, C.; McCARTY, P. Chemistry for Environmental Engineering. McGraw Hill, New York, 1996
- GARAY, J.; PANIZZO, L.; LESMES, L.; RAMIREZ, G.; SANCHEZ, J. Manual de Técnicas Analíticas de Parámetros Físico-Químicos y Contaminantes Marinos. 3ª ed. Centro de Investigaciones Oceanográficas e Hidrográficas. Cartagena