

**DETERMINACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE FOSFATOS, CLORUROS,  
HIERRO TOTAL Y SULFATOS EN AGUA CRUDA Y POTABLE POR  
ESPECTROFOTOMETRIA, VOLUMETRIA Y TURBIDIMETRIA, EN EL  
LABORATORIO DEL ACUEDUCTO DE POPAYÁN**

**CLAUDIA PATRICIA TEJADA PORTILLA**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA  
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
POPAYÁN  
2009**

**DETERMINACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE FOSFATOS, CLORUROS,  
HIERRO TOTAL Y SULFATOS EN AGUA CRUDA Y POTABLE POR  
ESPECTROFOTOMETRIA, VOLUMETRIA Y TURBIDIMETRIA, EN EL  
LABORATORIO DEL ACUEDUCTO DE POPAYÁN**

**CLAUDIA PATRICIA TEJADA PORTILLA**

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de  
Químico**

**Director  
MS.c. JOSE ANTONIO GALLO**

**Codirector  
Ingeniero Químico Rodrigo Velasco  
Jefe de Producción Acueducto de Popayán**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA  
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
POPAYÁN  
2009**

## **AGRADECIMIENTOS**

Le doy gracias a Dios por este triunfo alcanzado, por que sin Dios nada de esto hubiera sido posible.

También quiero darle gracias a mis padres y hermanos quienes fueron un gran apoyo durante mi carrera, quiero agradecerle de manera muy especial a mi papá por su gran colaboración y comprensión y también a mi tía Carmen Elena

El presente trabajo se realizó en el Laboratorio de la Planta de Tratamiento el Tablazo, bajo la dirección del profesor del Departamento de Química de la Universidad del Cauca, M.Sc. José Antonio Gallo, y el Ingeniero Químico Rodrigo Velasco, encargado de la Planta de tratamiento a quienes deseo expresar mi más sincero agradecimiento por su labor de orientación y por los conocimientos compartidos mediante los cuales se logró la realización de este trabajo.

Agradezco a todos los profesores del Departamento de Química por sus valiosas enseñanzas durante mi proceso de formación académica.

A los Jurados por su recepción y colaboración en el mismo.

A mis amigas Mayra y Paola del programa de química de la Universidad del Cauca, por su amistad, a mis amigos de Cali quienes quiero y aprecio mucho.

A todas y cada una de las personas que de alguna forma colaboraron en la realización de este trabajo.

Al ser más importante en mi vida; DIOS.

<b>TABLA DE CONTENIDO</b>		<b>PAG.</b>
	<b>RESUMEN</b>	12
<b>1.</b>	<b>INTRODUCCIÓN</b>	13
<b>2.</b>	<b>OBJETIVOS</b>	15
<b>2.1</b>	<b>OBJETIVO GENERAL</b>	15
<b>3.2</b>	<b>OBJETIVOS ESPECIFICOS</b>	15
<b>4.</b>	<b>MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE</b>	16
<b>3.1</b>	<b>TIPOS DE AGUA</b>	16
<b>3.1.1</b>	<b>Agua Cruda</b>	16
<b>3.1.2</b>	<b>Agua Potable</b>	16
<b>3.2</b>	<b>CALIDAD DE AGUA</b>	17
<b>3.2.1</b>	<b>Tratamiento</b>	17
<b>3.2.2</b>	<b>Procesos en el Tratamiento del Agua</b>	18
<b>3.2.2.1</b>	<b>Captación</b>	18
<b>3.2.2.2</b>	<b>Conducción</b>	18
<b>3.2.2.3</b>	<b>Aireación</b>	18
<b>3.2.2.4</b>	<b>Dosificación de Coagulantes</b>	18

3.2.2.5	Mezcla Rápida	19
3.2.2.6	Coagulación	19
3.2.2.7	Floculación	19
3.2.2.8	Sedimentación	20
3.2.2.9	Filtración	20
3.2.2.10	Desinfección	20
<b>3.3</b>	<b>TRATAMIENTO DE POTABILIZACIÓN</b>	<b>21</b>
<b>3.3.1</b>	<b>Normas y criterios de calidad química del Agua potable</b>	<b>22</b>
<b>3.4</b>	<b>CONTAMINANTES QUÍMICOS</b>	<b>23</b>
<b>3.4.1</b>	<b>Fosfatos</b>	<b>23</b>
<b>3.4.2</b>	<b>Cloruros</b>	<b>25</b>
<b>3.4.3</b>	<b>Hierro Total</b>	<b>27</b>
<b>3.4.4</b>	<b>Sulfatos</b>	<b>29</b>
<b>4</b>	<b>MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE FOSFATOS, HIERRO TOTAL Y SULFATOS</b>	<b>30</b>
<b>4.1</b>	<b>MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO PARA LA DETERMINACIÓN DE FOSFATOS Y HIERRO TOTAL</b>	<b>30</b>
<b>4.2</b>	<b>METODO VOLUMÉTRICO PARA LA DETERMINACIÓN DE CLORUROS</b>	<b>32</b>
<b>4.3</b>	<b>METODO TURBIDIMÉTRICO (NEFELOMÉTRICO) PARA LA DETERMINACIÓN DE SULFATOS</b>	<b>32</b>

<b>4.4</b>	<b>TOMA, CONSERVACIÓN Y TRATAMIENTO DE MUESTRAS</b>	<b>32</b>
<b>4.4.1</b>	<b>Muestreo</b>	<b>33</b>
<b>4.4.2</b>	<b>Conservación</b>	<b>33</b>
<b>5</b>	<b>METODOLOGÍA</b>	<b>35</b>
<b>5.1</b>	<b>EQUIPOS Y REACTIVOS</b>	<b>35</b>
<b>5.1.1</b>	<b>Equipos</b>	<b>35</b>
<b>5.1.2</b>	<b>Reactivos</b>	<b>35</b>
<b>5.2</b>	<b>ESTANDARIZACIÓN DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS</b>	<b>36</b>
<b>5.2.1</b>	<b>Linealidad</b>	<b>36</b>
<b>5.2.2</b>	<b>Precisión</b>	<b>37</b>
<b>5.2.3</b>	<b>Exactitud</b>	<b>37</b>
<b>5.3</b>	<b>TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS DE AGUA CRUDA Y POTABLE PARA DETERMINAR FOSFATOS, CLORUROS, HIERRO TOTAL Y SULFATOS</b>	<b>38</b>
<b>5.3.1</b>	<b>Limpieza de Material</b>	<b>38</b>
<b>5.3.2</b>	<b>Toma de muestras</b>	<b>38</b>
<b>5.3.2.1</b>	<b>Recipientes de Muestreo</b>	<b>40</b>
<b>5.3.2.2</b>	<b>Recolección de las Muestras</b>	<b>40</b>
<b>5.3.2.3</b>	<b>Preservación de las Muestras</b>	<b>40</b>

<b>5.4</b>	<b>ANÁLISIS QUÍMICO DE CLORUROS, FOSFATOS, HIERRO Y SULFATOS</b>	<b>40</b>
<b>5.4.1</b>	<b>Análisis Espectrofotométrico</b>	<b>40</b>
5.4.1.1	Fosfatos	41
5.4.1.2	Cloruros	41
5.4.1.3	Hierro Total	42
5.4.1.4	Sulfatos	42
<b>6.</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>43</b>
<b>6.1</b>	<b>ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINACIÓN DE FOSFATOS Y HIERRO</b>	<b>43</b>
<b>6.1.1</b>	<b>Linealidad</b>	<b>43</b>
<b>6.1.2</b>	<b>Precisión</b>	<b>46</b>
6.1.2.1	Repetitividad	46
6.1.2.2	Reproducibilidad	47
<b>6.1.3</b>	<b>Sensibilidad</b>	<b>48</b>
6.1.3.1	Límite de Detección ( <b>LD</b> )	48
6.1.3.2	Límite de Cuantificación ( <b>LC</b> )	49
<b>6.1.4</b>	<b>Exactitud</b>	<b>50</b>
<b>6.2</b>	<b>ESTANDARIZACIÓN DEL METODO ANALITICO PARA</b>	<b>54</b>

## **DETRMINACIÓN DE SULFATOS**

<b>6.2.1</b>	<b>Linealidad</b>	<b>54</b>
<b>6.2.2</b>	<b>Precisión</b>	<b>56</b>
6.2.2.1	Repetibilidad	56
6.2.2.2	Reproducibilidad	58
<b>6.2.3</b>	<b>Sensibilidad</b>	<b>58</b>
6.2.3.1	Límite de Detección <b>(LD)</b>	58
6.2.3.2	Límite de Cuantificación <b>(LC)</b>	59
<b>6.2.4</b>	<b>Exactitud</b>	<b>59</b>
<b>6.3</b>	<b>ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO ANALITICO PARA DETERMINACIÓN DE CLORUROS</b>	<b>61</b>
<b>7</b>	<b>DETERMINACIÓN DE FOSFATOS, CLORUROS, HIERRO TOTAL Y SULFATOS EN AGUA CRUDA Y POTABLE</b>	<b>64</b>
<b>8</b>	<b>CONCLUSIONES</b>	<b>65</b>
<b>9</b>	<b>RECOMENDACIONES</b>	<b>66</b>
<b>10</b>	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>67</b>
	<b>ANEXOS</b>	<b>71</b>



## LISTA DE ECUACIONES

	<b>PAG.</b>
Ecuación 1	25
Ecuación 2	25
Ecuación 3	26
Ecuación 4	26
Ecuación 5	26
Ecuación 6	28
Ecuación 7	28
Ecuación 8	28
Ecuación 9	28
Ecuación 10	29
Ecuación 11	29
Ecuación 12	41

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1</b>	Criterios de calidad química de agua para características con implicaciones de tipo económico o acción indirecta sobre la salud.	23
<b>Tabla 2</b>	Recomendaciones para el muestreo y preservación de muestras de acuerdo con las mediciones.	34
<b>Tabla 3</b>	Curva de Calibración de Fosfatos (Rango 0,125-1,0 mg/L)	43
<b>Tabla 4</b>	Curva de Calibración de hierro Total (Rango 0,10-0,40 mg/L)	44
<b>Tabla 5</b>	Test estadístico como indicador de una correlación lineal significativa.	45
<b>Tabla 6</b>	Concentraciones del estándar de fosfatos y sus respectivas desviaciones estándar en un rango de 0,125 a 1,00 mg PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> /L	46
<b>Tabla 7</b>	Concentraciones del estándar de hierro y sus respectivas desviaciones estándar en un rango de 0,10 a 0,40 mg de Fe/L	46
<b>Tabla 8</b>	ANOVA de un factor – Fosfatos	48
<b>Tabla 9</b>	ANOVA de un factor – Hierro	49
<b>Tabla 10</b>	Reproducibilidad de la concentración de tres estándares de fosfatos en un periodo de 15 días	50

<b>Tabla 11</b>	Reproducibilidad de la concentración de tres estándares de hierro en un periodo de 15 días	50
<b>Tabla 12</b>	Límite de detección (LD) para fosfatos y hierro	51
<b>Tabla 13</b>	Límite de cuantificación (LC) para fosfatos y hierro	51
<b>Tabla 14</b>	Datos para realizar el t de student y calcular el porcentaje de recuperación de estándares de fosfatos en un rango de concentraciones de 0,125 a 1,00 ppm	52
<b>Tabla 15</b>	Datos para realizar el t de student y calcular el porcentaje de recuperación de estándares de hierro total en un rango de concentraciones de 0,10 a 0,40 ppm	53
<b>Tabla 16</b>	Curva de calibración de sulfatos (Rango 2,00 – 8,00 mg/l)	54
<b>Tabla 17</b>	Test estadístico como indicador de una correlación lineal significativa.	55
<b>Tabla 18</b>	Concentraciones del estándar de sulfatos y su respectiva desviación estándar en un rango de 2,00 a 8,00 mg/L	56
<b>Tabla 19</b>	ANOVA de un factor – Fosfatos	57
<b>Tabla 20</b>	Reproducibilidad de la concentración de tres estándares de sulfatos en un periodo de 15 días	58
<b>Tabla 21</b>	Límite de detección (LD) para sulfatos	59

<b>Tabla 22</b>	Límite de cuantificación (LC) para sulfatos	59
<b>Tabla 23</b>	Datos para realizar el t de student y calcular el porcentaje de recuperación de estándares de sulfatos en un rango de concentraciones de 2,00 a 8,00 ppm	60
<b>Tabla 24</b>	Valores de concentración cloruros para aguas cruda y potable	62
<b>Tabla 25</b>	Niveles de Fosfatos, Hierro Total, Cloruros y Sulfatos en las muestras de Agua Cruda en la Planta de Tratamiento el Tablazo	64
<b>Tabla 26</b>	Niveles de Fosfatos, Hierro Total, Cloruros y Sulfatos en las muestras de Agua Potable en la Planta de Tratamiento el Tablazo	64

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b>	Diagrama de flujo del Proceso de Potabilización del Agua	21
<b>Figura 2</b>	Planta de Tratamiento el Tablazo	22
<b>Figura 3</b>	Espectrofotómetro NOVA 60	31
<b>Figura 4</b>	Celda Espetrofotométrica y Turbidimétrica	31
<b>Figura 5</b>	Ubicación de la Planta de Tratamiento los puntos de muestreo: Agua cruda y Agua potable	39
<b>Figura 5.1</b>	Puntos de muestreo: Agua cruda y Agua potable	39
<b>Figura 6</b>	Curva de calibración para la determinación de fosfatos en agua cruda y potable por espectrofotometría	44
<b>Figura 7</b>	Curva de calibración para la determinación de hierro total en agua cruda y potable por espectrofotometría	45
<b>Figura 8</b>	Curva de calibración para la determinación de sulfatos en agua cruda y potable por turbidimetría	55
<b>Figura 9</b>	Promedio de la Concentración de Cloruros	63

## LISTA DE ACRÓNIMOS

<b>LC</b>	Limite de Cuantificación
<b>LD</b>	Límite de Detección
<b>ppm</b>	Partes por millón
<b>nm</b>	Nanometros
<b>mg/L</b>	Miligramos por Litro
<b>A</b>	Absorbancia
<b>C</b>	Concentración
<b>s</b>	Desviación Estándar
<b>CV</b>	Coeficiente de Variación
<b>t<sub>obt</sub></b>	Te obtenido
<b>t<sub>tab</sub></b>	Te de tabla

## RESUMEN

El agua y la salud de la población son dos cosas inseparables. La disponibilidad de agua de calidad es una condición indispensable para la propia vida, y más que cualquier otro factor, esta condiciona la calidad de vida.

El agua es un elemento valioso para la vida de los seres humanos, motivo por el cual en este trabajo se determinó la concentración de fosfatos, sulfatos, cloruros y hierro en agua cruda y potable de la planta de tratamiento el Tablazo, empleando como técnicas analíticas la volumetría, espectrofotometría y turbidimetría.

Para el tratamiento de las muestras de agua cruda y potable se siguieron las metodologías reportadas en el Standard Methods, obteniéndose porcentajes de recuperación promedio de 99,70%, 99,45%, 98,80%, para fosfatos, hierro total, y sulfatos respectivamente.

## 1. INTRODUCCIÓN

En Colombia, la calidad del agua para consumo humano es deficiente. De las enfermedades de salud pública más importantes, el 44% están relacionadas con saneamiento básico, de ellas, el 40% tienen relación directa con la calidad del agua.

Es así como el acueducto de la ciudad de Popayán tiene implementado y puesto en funcionamiento el laboratorio en la Planta de Tratamiento el Tablazo, actualmente el laboratorio de la Planta de Tratamiento el Tablazo cuenta con equipos, instalaciones apropiadas, personal, reactivos y recursos necesarios para ofrecer a los usuarios respuestas a las necesidades en materia de análisis. Concientes de la importancia de la calidad en los procesos analíticos, el Laboratorio adelanta la implementación de su sistema de calidad bajo la norma NTC-ISO-IEC 17025 como requisito para obtener la acreditación y demostrar que son técnicamente competentes y que se encuentran en capacidad de generar resultados válidos en su desempeño. <sup>(1)</sup>

Sin embargo, el Laboratorio del Acueducto de la ciudad de Popayán no ha implementado los métodos para la determinación de Fosfatos, Cloruros, Hierro Total y Sulfatos los cuales son objeto de este trabajo de grado. Por lo tanto teniendo en cuenta el acercamiento conceptual entre ambas instituciones, se lleva a cabo la pasantía de un estudiante de Química para la implementación y estandarización de metodologías.

Para realizar el presente trabajo se plantea la siguiente hipótesis general: los métodos para análisis de Hierro Total y Fosfatos por espectrofotometría, Cloruros por volumetría y Sulfatos por turbidimetría, aplicados en el Laboratorio



del Acueducto, una vez implementada la estandarización se da a conocer la confiabilidad de los resultados.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO GENERAL**

Estandarizar la técnica para análisis de cloruros, fosfatos hierro y sulfatos en aguas potable y cruda de la planta de tratamiento de la ciudad de Popayán, utilizando la técnica volumétrica, espectrofotométrica y turbidimétrica.

### **2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO**

- Obtener diferentes parámetros que sirvan como criterio de confianza del método espectrofotométrico, volumétrico y turbidimétrico para la cuantificación de cloruros, fosfatos, hierro y sulfatos y realizar el tratamiento estadístico para garantizar la confiabilidad de los resultados y su aplicación a estudios posteriores.

### 3. MARCO TEORICO Y ESTADO DEL ARTE

#### 3.1 TIPOS DE AGUA

**3.1.1 Agua Cruda.** Es aquella que no ha sido sometida a proceso de tratamiento. <sup>(2)</sup>

**3.1.2 Agua Potable.** Es aquella que por reunir requisitos físicos, químicos y bacteriológicos, en las condiciones señaladas en el Decreto 475 del 10 de Marzo de 1998 por el Ministerio de Salud, al ser consumida por la población humana no produce efectos adversos a su salud.

Para que el agua pueda considerarse apta para la bebida o ser distribuida como agua potable en una comunidad, debe cumplir ciertos requisitos fundamentales:

Uniformemente clara o exenta de turbiedad, fresca en lo posible, sin olor, agradable al paladar, aireada, no tener gérmenes de enfermedades infecciosas, bacterianas, parasitarias o de materia orgánica, y que la concentración de iones quede por debajo de la estipulada en las normas para que no sea demasiado mineralizada u origine trastornos a los individuos.

## **3.2 CALIDAD DE AGUA**

La calidad del agua, se define como la condición general que permite que el agua se emplee para usos concretos.

La calidad del agua es un aspecto muy importante en la determinación de la potabilidad de una fuente de agua y constituye un problema muy antiguo para el hombre.

Siempre la preocupación para el hombre, ha sido obtener agua de la mejor calidad posible y proteger aquellas fuentes reconocidas como de buena calidad. De acuerdo a esto al agua se le realizan una serie de tratamientos que se describen a continuación.

**3.2.1 Tratamiento:** Es el conjunto de operaciones y procesos sanitarios que se realizan sobre el agua cruda, con el fin de modificar sus características físicas, químicas o bacteriológicas para obtener agua potable que cumpla las normas de calidad establecidos.

La población urbana se abastece a través de plantas de tratamiento explotadas por servicios estatales, municipales y aún particulares, súper vigiladas por organismos del estado. La población rural, mediante servicios particulares individuales.

Las fuentes de agua que sirven para alimentar las plantas de tratamiento, ya sean cursos naturales, acumuladas en embalses u otras unidades, lagos o lagunas, o agua subterránea, requieren un tratamiento especial antes de entregarla al consumo de la población, y según sean su origen y condiciones,

hay que modificar sus características químicas, físicas o bacteriológicas, a fin de que cumplan con las normas o requisitos establecidos para el agua potable. Debido a esto se han creado plantas de tratamiento de agua potable, en donde se realizan diferentes análisis fisicoquímicos para que esta llegue de una manera adecuada para el consumo, este tipo de tratamientos se realizan en plantas convencionales y como mínimo debe tener los procesos básicos de coagulación, floculación, sedimentación, filtración y desinfección.

### **3.2.2 Procesos en el Tratamiento del Agua.**

3.2.2.1 Captación. Sitio y/o fuente donde se toma el producto, para el Acueducto de Popayán es el río Piedra que abastece la planta del Tablazo.

3.2.2.2 Conducción. Se realiza por medio de tuberías de asbesto, cemento y túneles de concreto.

3.2.2.3 Aireación. Es uno de los primeros procesos en la operación de una planta de tratamiento, y consiste en establecer un contacto íntimo del aire con el agua, con el objeto de oxigenar el agua, eliminar el gas carbónico y sustancias volátiles que producen olores y sabores.

Los principales tipos de aireación son: el de cascada, bandeja y pulverización. La aireación también se realiza para mejorar las características físicas y químicas del agua destinada a usos domésticos, comerciales e industriales.

3.2.2.4 Dosificación de Coagulantes. Los coagulantes se agregan al agua para eliminar partículas naturales en suspensión, causantes del color y la turbiedad.

Los coagulantes más usados son: El sulfato de aluminio ( $\text{Al}(\text{SO}_4)_3$ ), comúnmente llamado alumbre; el sulfato férrico ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ); otros como el alumbre de amonio [ $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \times 12\text{H}_2\text{O}$ ], el alumbre de potasa ( $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \times 12\text{H}_2\text{O}$ , soluble], el sulfato ferroso  $\text{Fe}(\text{SO}_4)$ , etc.

3.2.2.5 Mezcla Rápida. En esta fase el coagulante que se ha agregado al agua que se va a tratar, se dispersa rápidamente.

Para lograr este efecto se requiere una agitación violenta del agua, para que los gránulos del coagulante se disuelvan rápidamente. De aquí viene el nombre de mezcla rápida, donde la reacción química del coagulante se inicia en forma inmediata.

3.2.2.6 Coagulación. Es la desestabilización de las partículas suspendidas, o sea la remoción de las fuerzas que las mantienen separadas. Esta comienza en el mismo instante en que se agregan los coagulantes al agua y dura solamente fracciones de segundo, teniendo como requisito un pH óptimo de coagulación.

La coagulación química se realiza en las aguas por varias razones. Las más importantes consisten en la eliminación de la turbiedad tanto inorgánica como orgánica; el color, ya sea real o aparente; las bacterias nocivas y otros organismos patógenos. La eliminación de todo lo mencionado produce un agua estéticamente aceptable y que puede ser fácilmente desinfectada.

3.2.2.7 Floculación. Es un proceso de agitación suave y continua del agua con coagulantes, con el propósito de remover sustancias coloidales orgánicas e inorgánicas, las cuales se aglutinan en pequeñas masas de peso específico superior a la del agua llamadas FLOC.

La floculación se lleva a cabo mediante la utilización de estructuras llamadas floculadores, y los hay de dos clases:

Floculadores Mecánicos y Floculadores Hidráulicos.

3.2.2.8 Sedimentación. Es la remoción de las partículas más pesadas que el agua (flocs), por acción de la fuerza de la gravedad, para posteriormente depositarse en el fondo del tanque llamado sedimentador.

3.2.2.9 Filtración. Es el paso del agua a través de un medio poroso para eliminarle las partículas suspendidas en esta como limo, arcilla, algas y coloides que no sedimentaron. La filtración es el principal proceso en una planta de tratamiento.

3.2.2.10 Desinfección. La desinfección consiste en la aplicación directa al agua de sustancias químicas (cloro), para eliminar de ella los agentes patógenos, capaces de producir infección o enfermedad en el organismo.

La desinfección se encarga de la destrucción, o por lo menos de la desactivación de los pequeños organismos dañinos en el agua tales como las bacterias causantes de enfermedades como fiebre tifoidea, el cólera, la disentería, etc.

Uno de los métodos más utilizados en la desinfección es la cloración.

A continuación se muestra en la figura 1 el esquema del tratamiento de potabilización y distribución del agua.

La figura 2 muestra la Planta de tratamiento el Tablazo, con sus diferentes distribuciones para la potabilización del agua.

### 3.3 TRATAMIENTO DE POTABILIZACIÓN

DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO DE POTABILIZACIÓN Y DISTRIBUCIÓN DEL AGUA

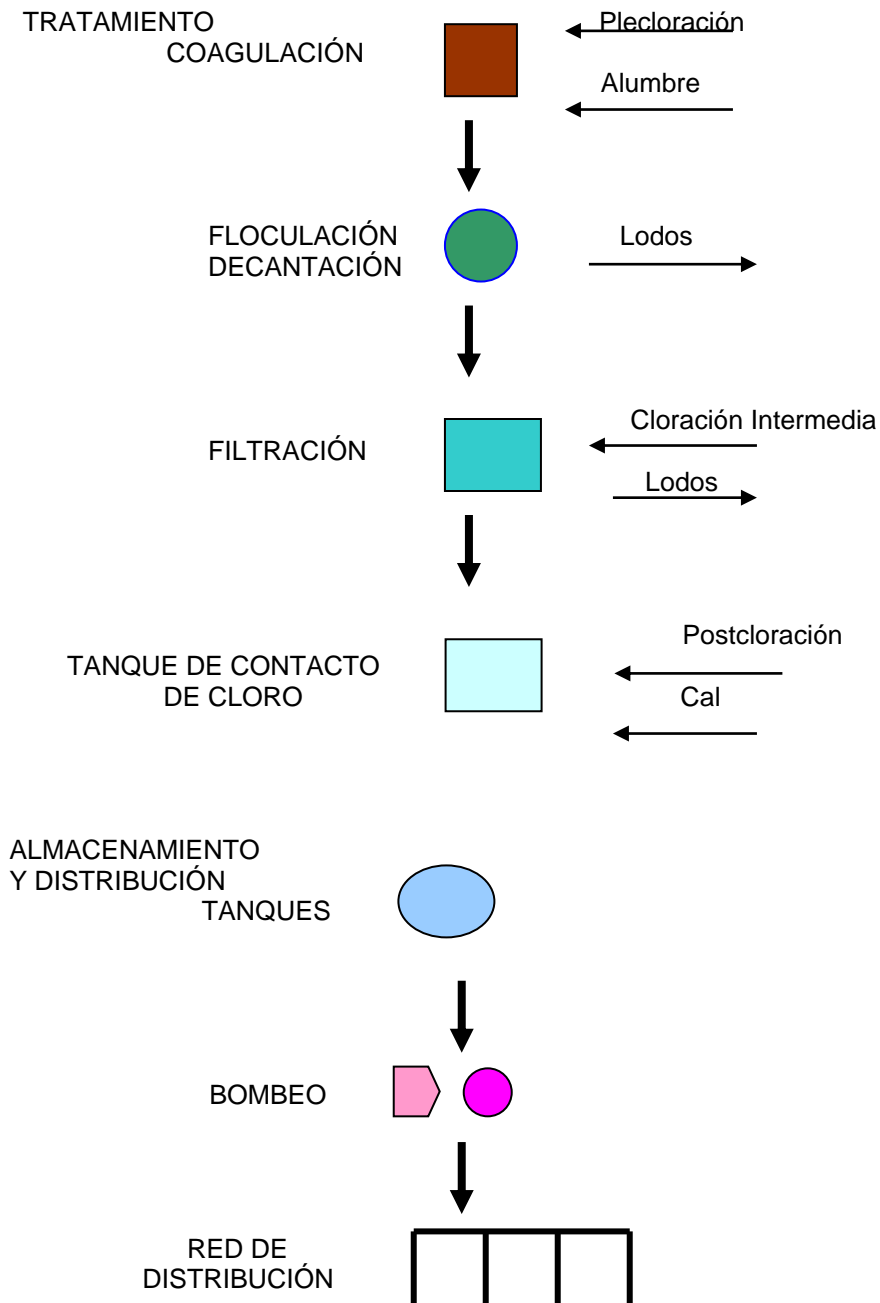


Figura 1. Diagrama de flujo del proceso de potabilización del agua





**Figura 2.** Planta de Tratamiento El Tablazo

**3.3.1 Normas y criterios de calidad química del Agua potable.** Mediante el artículo 8 del capítulo III del decreto 475 de 10 de marzo de 1998 el Presidente de La República de Colombia, decreta las normas y criterios de calidad química del agua potable que rigen para todo el territorio nacional. En la tabla 1 se relacionan algunas de las normas establecidas en dicho decreto. <sup>(3)</sup>

**Tabla 1.** Criterios de calidad química de agua para características con implicaciones de tipo económico o acción indirecta sobre la salud

<b>Características</b>	<b>Expresada como</b>	<b>Valor admisible (ppm)</b>
Acidez	CaCO <sub>3</sub>	50
Alcalinidad Total	CaCO <sub>3</sub>	100
Calcio	Ca <sup>+2</sup>	60
<b>Cloruros</b>	<b>Cl<sup>-</sup></b>	<b>250</b>
Dureza total	CaCO <sub>3</sub>	160
Fluoruros	F <sup>-</sup>	1.2
<b>Fosfatos</b>	<b>PO<sub>4</sub><sup>-3</sup></b>	<b>0.2</b>
Hidróxidos	CaCO <sub>3</sub>	< LD
<b>Hierro total</b>	<b>Fe<sup>+3</sup></b>	<b>3.4</b>
Magnesio	Mg	36
Manganeso	Mn	0.1
<b>Sulfatos</b>	<b>SO<sub>4</sub><sup>-2</sup></b>	<b>250</b>
Zinc	Zn	10

(Ministerio de Salud, decreto 475 de 10 de marzo de 1998) <sup>(4)</sup>

### 3.4 CONTAMINANTES QUÍMICOS

#### 3.4.1 Fosfatos

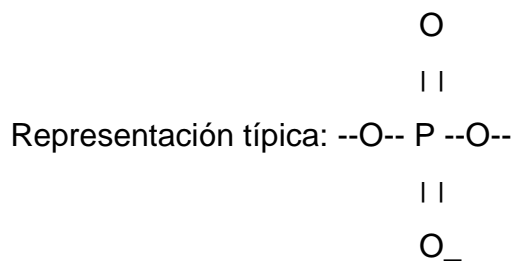
La mayor parte del fósforo presente en aguas naturales y aguas de desecho está en forma de fosfatos, que a su vez se clasifican en ortofosfatos, fosfatos condensados (piro, meta y otros polifosfatos) y como organofosforados (R-PO<sub>4</sub>). Pequeñas cantidades de ciertos fosfatos condensados se agregan durante el tratamiento de las aguas de consumo.

Grandes cantidades de los mismos compuestos llegan al agua cuando se emplean productos comerciales para el lavado de ropas, labores de limpieza y

tratamiento de aguas de calderas. También fertilizantes utilizados en la agricultura contribuyen a incrementar los fosfatos en las fuentes de agua. El fósforo es esencial para el crecimiento de organismos y puede ser el nutriente que limita la productividad en una masa de agua.

De las diferentes formas de fósforo enumeradas, **la única soluble son los ortofosfatos**. Las formas insolubles de fósforo pueden ser solubilizadas por digestión ácida o por oxidación. <sup>(5)</sup>

Los **ortofosfatos** tienen por fórmula general:  $H_nPO_4^{n-3}$



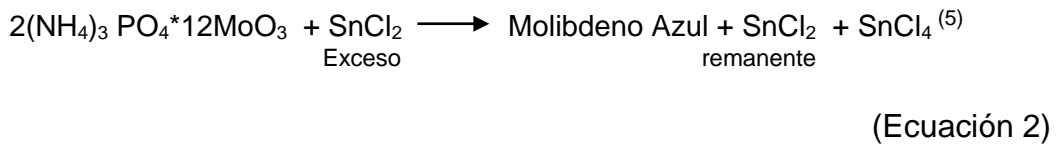
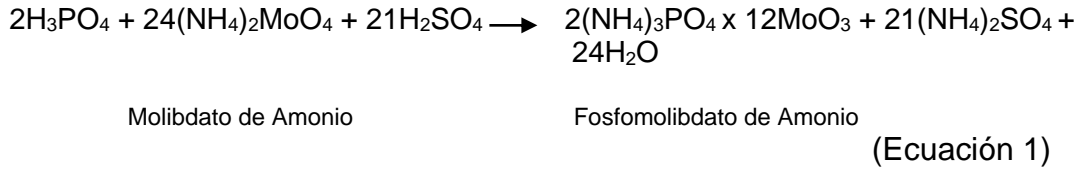
Ejemplos:



$HPO_4^{=}$  complejos

Para la cuantificación de fósforo se utiliza el método del cloruro estañoso, el cual se forma a partir del ácido fosfomolibdico que posteriormente es reducido por el cloruro estañoso formándose un compuesto de molibdeno de color azul intenso, que es proporcional a la concentración de fósforo y por tanto, se puede determinar cuantitativamente por un fotómetro a 690 nm. <sup>(6)</sup>

Las reacciones pueden representarse así:



### 3.4.2 Cloruros

El cloruro (Cl<sup>-</sup>) es uno de los aniones inorgánicos que se encuentra en mayor concentración en aguas de consumo y aguas de desecho. En agua potable el sabor salino producido por la presencia de cloruro es variable y depende de la composición química del agua. Algunas aguas contienen 250 mg Cl<sup>-</sup>/L y pueden tener un sabor salino detectable si el principal catión que le acompaña es el sodio.

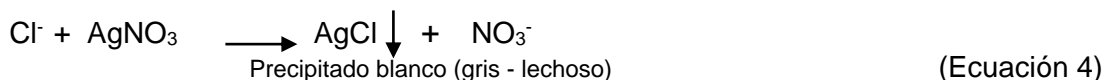
El típico sabor salino puede estar ausente aun cuando la concentración de cloruros sea de 1000 mg Cl<sup>-</sup>/L si los cationes predominantes son calcio y magnesio.

Un alto contenido de cloruros en las aguas puede dañar estructuras y tuberías metálicas, al igual, que afecta el crecimiento de la flora. <sup>(5)</sup>

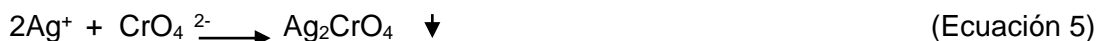
La magnitud de concentración es muy variable, siendo mayor normalmente cuando aumenta el contenido mineral de las aguas. No se conocen efectos

tóxicos para el hombre por altas concentraciones de cloruros. Para analizar el contenido de cloruros en agua cruda y potable se utiliza el método volumétrico el cual consiste en titular el cloruro con una solución de nitrato de plata utilizando cromato de potasio como indicador del punto final, en medio neutro o ligeramente alcalino. El cloruro de plata se precipita cuantitativamente antes de formarse el color rojo del cromato de plata. Este método también es conocido como Mohr. <sup>(5)</sup>

La reacción puede presentarse así:



El punto final de la titulación puede detectarse usando un indicador capaz de demostrar la presencia de exceso de iones  $\text{Ag}^+$ . El indicador usado es el cromato de potasio el cual suministra iones cromato. Cuando la concentración de iones cloruro se acerca a su extinción, la concentración de ion plata aumenta hasta exceder el producto de solubilidad del cromato de plata y en ese instante comienza a formarse un precipitado amarillo-rojizo:



La reacción puede representarse así:



### 3.4.3 Hierro Total

En muestras filtradas de aguas superficiales oxigenadas, la concentración de hierro rara vez alcanza 1,0 mg/L. Algunas aguas subterráneas y drenajes superficiales ácidos pueden tener concentraciones apreciables de hierro.

Algunas personas pueden detectar un sabor astringente agrisado cuando está presente el hierro en niveles de 1,0 mg/L.

Bajo condiciones reductoras el hierro está como ión ferroso, al ser expuesto al aire o por adición de oxidantes pasará a ión férrico, que a su vez puede hidrolizarse a su forma insoluble (óxido férrico hidratado). El ión férrico es significativamente soluble en presencia de iones formadores de complejos y/o a pH muy bajos.

En las muestras de agua, el hierro se presenta en diferentes formas; en solución verdadera, en estado coloidal, en iones complejos orgánicos o inorgánicos y en partículas suspendidas. <sup>(5)</sup>

El hierro es uno de los contaminantes que se encuentran con más frecuencia en el agua potable. La agencia de la protección del medio ambiente (EPA) refiere al hierro un contaminante secundario. Esto significa que la EPA ha fijado que el hierro es una consideración estética más bien que una consideración de la salud. La EPA dice que “si se tiene hierro en exceso de 0,3 mg/L en el agua potable, probablemente se notará el color salobre, el sedimento oxidado, el sabor amargo o metálico, las manchas marrón-verdes, bebidas decoloradas.” <sup>(5)</sup> Cuando el hierro entra en contacto con el oxígeno, cambia a un compuesto rojizo que pueda decolorar los accesorios de cuarto de baño y el lavadero. Ocurre naturalmente de la roca o puede ser introducido por los materiales de

plomería. En este tiempo, no hay efectos de salud sabidos del hierro elevado en el agua potable.

Para la determinación del hierro se utiliza el método fotométrico a una longitud de onda de 510 nm en un espectrofotómetro NOVA 60.

El hierro en las muestras de agua se solubiliza, reduciéndose a ión ferroso por ebullición con ácido e hidroxilamina. Tratándolo posteriormente con 1-10 fenantrolina a pH 3.2 a 3.3 se forma el complejo coloreado.

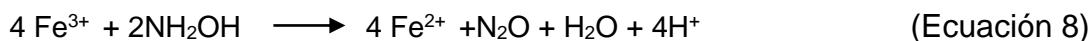
Tres moléculas de fenantrolina quelatan un átomo de ión ferroso formando un complejo naranja-rojizo. La intensidad del color es independiente del pH en un rango de 3 a 9; sin embargo, entre pH 2.9-3.5 se induce un rápido desarrollo del color, en presencia de un exceso de fenantrolina. <sup>(5)</sup>

Para asegurar que todo el hierro esté en la forma soluble; es necesario tratar la muestra con ácido clorhídrico que disuelva el hidróxido férrico.

Reacción:



Añadiendo hidroxilamina, todo el  $\text{Fe}^{3+}$  se reduce a la condición ferrosa:



La fenantrolina reaccionará con todo el  $\text{Fe}^{++}$  (Ecuación 9)



### 3.4.4 Sulfatos

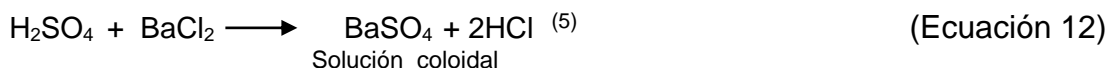
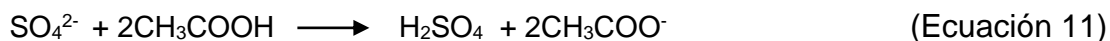
Los sulfatos están ampliamente distribuidos en la naturaleza y pueden estar presentes en aguas naturales en un rango de concentraciones de pocos miligramos hasta varios cientos de miligramos por litro.

Los sulfatos están asociados a la dureza del agua en su calidad de permanente y producen en los consumidores una notoria acción catártica, especialmente en presencia de sodio y magnesio. <sup>(5)</sup>

Las aguas de minas y los efluentes industriales contienen grandes cantidades de sulfatos provenientes de la oxidación de la pirita y del uso del ácido sulfúrico. En los sistemas de agua para uso doméstico, los sulfatos no producen un incremento en la corrosión de los accesorios metálicos, pero cuando las concentraciones son superiores a 200 ppm, se incrementa la cantidad de plomo disuelto proveniente de las tuberías.

Para la determinación de ión sulfato se utiliza el método turbidimétrico, en este método se precipita cloruro de bario en medio acidificado con ácido acético, para así formar cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme. La luz absorbida por la suspensión de sulfato de bario es medida en un fotómetro y la concentración de sulfato se determina por comparación de la lectura con una curva estándar. <sup>(5)</sup>

Las reacciones pueden representarse así:





## **4. METODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN DE FOSFATOS, HIERRO TOTAL Y SULFATOS**

### **4.1 MÉTODO ESPECTROFOTOMÉTRICO PARA LA DETERMINACIÓN DE FOSFATOS Y HIERRO TOTAL**

La técnica analítica elegida para determinar fosfatos y hierro de la muestra (agua potable y cruda) es la determinación espectrofotométrica, puesto que es una técnica que ofrece confiabilidad. Su principal limitación es que la presencia de agentes oxidantes fuertes afectan los resultados pero esto puede obviarse agregando un exceso de un agente reductor.

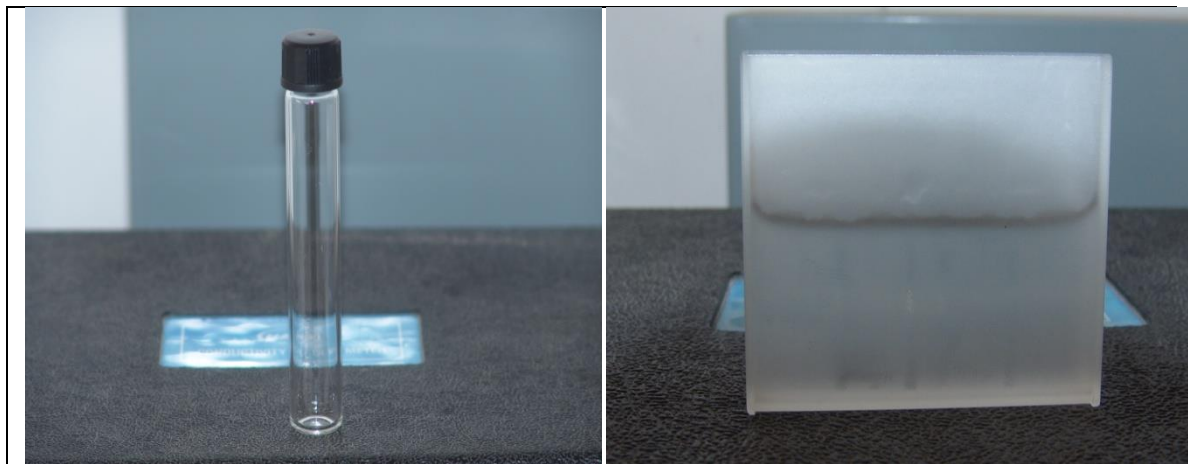
La materia orgánica y un color alto afectan los resultados por lo cual puede ser necesario evaporar las muestras a sequedad y disolver con ácido. Cuando la concentración de la materia orgánica es alta puede necesitarse calcinación en cápsulas de porcelana. Por tanto es de destacar el papel decisivo que desempeña el color en una técnica espectrofotométrica.

Los análisis espectrofotométricos se basan en la relación entre la *intensidad* del color de una solución y la *concentración* de la sustancia que genera el color en la solución. Esta relación puede establecerse por un sistema adecuado de medición, utilizándose un método analítico cuantitativo.

A continuación se muestra el espectrofotómetro NOVA 60 y las celdas utilizadas para la determinación de hierro total, fosfatos y sulfatos.



**Figura 3.** Espectrofotómetro NOVA 60  
Espectrofotómetro utilizado para la determinación de Hierro Total y Fosfatos.  
Cambiando de celda se utiliza para la determinación de Sulfatos



**Figura 4. (a)** Celda Espectrofotométrica      **(b)** Celda Turbidimétrica  
Celdas usadas para la determinación de Hierro Total, Fosfatos y sulfatos

## **4.2 MÉTODO VOLUMÉTRICO PARA LA DETERMINACIÓN DE CLORUROS**

Muchas determinaciones en el control de la calidad del agua se pueden desarrollar con rapidez y exactitud por medio de análisis volumétricos, una técnica que depende de la medición de volúmenes de un reactivo líquido de concentración conocida.

La titulación es el proceso de analizar el contenido de una sustancia determinando el volumen requerido de una solución estándar para completar una reacción particular en una cantidad conocida de muestra. <sup>(5)</sup>

## **4.3 MÉTODO TURBIDIMÉTRICO (NEFELOMÉTRICO) PARA LA DETERMINACIÓN DE SULFATOS**

Es el método más usado para medir turbiedad. En este método el rayo de luz pasa a través de la muestra en un ángulo recto con la celda fotoeléctrica del instrumento. La luz reflejada por las partículas dispersas (efecto Tyndall) es medida directamente por la celda detectora del nefelómetro. El nefelómetro es el aparato preferido para medir turbiedad, por su alta sensibilidad. <sup>(5)</sup>

## **4.4 TOMA, CONSERVACIÓN Y TRATAMIENTO DE MUESTRAS**

Una completa e invariable conservación de las muestras de agua cruda y potable es imposible en la práctica. Con independencia del tipo de muestras de que se trate, nunca puede conseguirse la estabilidad completa de todos sus componentes; algunos análisis pueden verse afectados con mayor facilidad que

otros como cambios en el pH y temperatura. En el mejor de los casos, las técnicas de conservación sólo retrasarían los cambios químicos y biológicos que inevitablemente se producen después de la toma. <sup>(6)</sup>

**4.4.1 Muestreo.** El propósito de las operaciones de muestreo consiste en extraer del cuerpo de aguas que se investiga, una cantidad de muestra representativa, suficiente como para realizar con ella la totalidad de las pruebas que se requieren, y transportarla hasta el laboratorio para realizar los análisis respectivos.

Dependiendo de las formas como se realiza un muestreo, éste puede ser de naturaleza puntual, compuesta o integrada. Una muestra puntual es aquella que se recoge en un lugar y momento determinado.

Las muestras compuestas en la mayoría de los casos se define como la formada por la mezcla de muestras separadas a espacios periódicos de tiempo, o una porción continua de flujo; que sirven para determinar las concentraciones medias de sus analitos.

Las muestras integradas se obtienen de mezclar muestras individuales, recogidas en distintos puntos o con la menor separación temporal posible.

**4.4.2 Conservación.** El éxito de un análisis de aguas, depende en gran parte de las precauciones que se tengan en la toma de la misma y su conservación para cada uno de los parámetros que se quieran determinar. La tabla 2 es una compilación de normas estándares para el muestreo y preservación de muestras.

**Tabla 2.** Recomendaciones para el muestreo y preservación de muestras de agua cruda y potable de acuerdo con las mediciones.

<b>Muestra</b>	<b>Conservación</b>	<b>Almacenamiento</b>	<b>Volumen min. en mL</b>
Fosfatos	7 días	Recipiente de vidrio	100+/- 0,01
Cloruros	7 días	Vidrio o plástico	100+/- 0,01
Hierro	7 días	Vidrio o plástico	100+/- 0,01
Sulfatos	7 días	Vidrio o plástico	100+/- 0,01

Las muestras deben refrigerarse para su conservación.

## 5. METODOLOGIA

Las metodologías a estandarizar son: Espectrofotometría para la determinación de Fosfatos y hierro, Volumetría para la determinación de Cloruros y Turbidimetría para sulfatos, en aguas cruda y potable, utilizando la metodología establecida por el Standard Methods. Este trabajo se realizó utilizando reactivos grado analítico.

### 5.1 EQUIPOS Y REACTIVOS

#### 5.1.1 Equipos

- Espectrofotómetro NOVA 60
- pH Metro
- Celdas Turbidimétricas y espectrofotométricas
- Balanza analítica
- Nevera

#### 5.1.2 Reactivos

Ácido Sulfúrico 96,0 % Merck

Ácido Nítrico 65,0% Carlo Erba

Molibdato de Amonio 85,0% Carlo Erba

Cloruro Estañoso 98,0% Carlo Erba

Glicerol 99,9% Mallinckrodt Baker

Fosfato ácido de potasio 99,5% Merck

Solución Estándar de Nitrato de Plata 0,0141N Mol Labs

Cloruro de sodio 99,5% Merck

Cromato de potasio 99,6% J.T. Baker

Hidróxido de amonio Merck  
Sulfato de potasio y Aluminio Carlo Erba  
Ácido clorhídrico 37,0% Merck  
Clorhidrato de hidroxilamina 99,0% Merck  
Acetato de amonio 98,0% Merck  
Ácido acético 99,8% Carlo Erba  
1-10 fenantrolina 99,0% Carlo Erba  
Sulfato ferroso amónico J.T. Baker  
Cloruro de Bario Carlo Erba  
Cloruro de magnesio 98,9% Mallinckrodt  
Acetato de sodio 99,0% Merck  
Solución de Hidróxido de Sodio 0,1N Mol Labs  
Nitrato de Potasio 99,0% Mol Labs

## 5.2 ESTANDARIZACIÓN DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS.

Mediante la estandarización de los métodos analíticos Espectrofotometría, Volumetría y Turbidimetría se desea obtener en forma experimental y para las condiciones particulares del laboratorio, los valores de los parámetros que servirán como criterio de confianza del método; éstos parámetros son: Exactitud, precisión, límite de detección y límite de cuantificación, linealidad y sensibilidad.

**5.2.1 Linealidad.** Para la determinación de fosfatos se preparó una solución de referencia de 10 mg/L +/- 0,01 a partir del estándar de 50 mg/L +/- 0,01, para hierro se preparó una solución de referencia de 10 +/- 0,01 mg/L a partir

del estándar de 200mg/L +/- 0,01 y finalmente una solución estándar de 100 mg/L +/- 0,01 para sulfatos.

Las soluciones estándar de trabajo se prepararon por dilución de las anteriores soluciones con el fin de obtener un rango de trabajo de concentraciones de 0,1 a 100 mg/L, que por dilución la concentración final fue de 0,125 a 1,00 mg/L para fosfatos, de 0,100 a 0,400 mg/L para hierro y de 2,00 a 8,00 mg/L para sulfatos. Todas las soluciones de trabajo se prepararon en agua destilada y se mantuvieron refrigeradas.

Cada solución estándar de fosfatos, hierro y sulfatos se midió tres veces y a partir de los datos obtenidos de las absorbancias y sus respectivas concentraciones, se trazaron las curvas correspondientes.

**5.2.2 Precisión.** Con el fin de observar el grado de concordancia entre los datos individuales bajo condiciones de repetibilidad de la técnica, cada punto de la curva se midió por triplicado determinándose la desviación estándar (s) y el coeficiente de variación (CV).

Para determinar la precisión intermedia de la técnica, tres soluciones patrón de fosfatos, hierro y sulfatos de diferente concentración se analizaron durante 15 días consecutivos una sola vez por día, con la finalidad de observar la desviación estándar relativa de un mes de analizadas.

**5.2.3 Exactitud.** La exactitud se calculó evaluando la recuperación de fosfatos, hierro y sulfatos a partir de las curvas de trabajo empleadas para determinar la linealidad de la técnica; las cuales tienen un rango de concentración entre 0,125 y 1,00 mg/L para fosfatos, de 0,100 a 0,400 mg/L para hierro y de 2,00 a 8,00 mg/L para sulfatos.



### **5.3 TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS DE AGUA CRUDA Y POTABLE PARA DETERMINAR FOSFATOS, CLORUROS, HIERRO TOTAL Y SULFATOS**

**5.3.1 Limpieza de Material.** Para evitar interferencias debidas a la contaminación secundaria por metales traza (silica y arseniato, yoduros, bromuros y cianuros, nitritos y fosfatos, y el color y/o grandes cantidades de materia suspendida), todo el material utilizado debe estar exento de éstos, como también se debe garantizar la pureza de los reactivos químicos (grado analítico).

El material de vidrio y de plástico primero se lavó con detergente exento de fosfatos, se enjuagó con agua destilada y ácido clorhídrico diluido. Luego se lavó nuevamente el material con agua destilada. Esto se hace para los análisis de fosfatos y hierro. Para cloruros y sulfatos simplemente se lava con detergente y abundante agua destilada.

**5.3.2 Toma de muestras.** Como el objetivo principal de éste trabajo es la estandarización de la técnica analítica, se realizó un muestreo en agua cruda y potable (matriz real) del acueducto de Popayán.

Las muestras utilizadas para la estandarización del método se toman en la Planta de Tratamiento el Tablazo, ubicada en el municipio de Popayán, Departamento del Cauca (figura 5). Esta planta de tratamiento presenta el canal de entrada y la salida del sistema de distribución, sitios en los que se hacen los respectivos muestreos. Estos sitios de muestreo los podemos observar en la figura 5.1.



5.3.2.1 Recipientes de muestreo. Para el almacenamiento de las muestras de agua cruda y potable se utilizaron recipientes de vidrio de 1L +/- 0,01, los cuales fueron previamente lavados con ácido clorhídrico diluido y agua destilada.

5.3.2.2 Recolección de las muestras. La recolección de las muestras se realizó en diferentes recipientes de vidrio de 1L +/- 0,01, los cuales fueron purgados con agua cruda y potable antes de tomar la muestra. Posteriormente se tomaron volúmenes de 200 +/- 0,01 mL durante un periodo de 5 horas hasta completar un volumen de 1L +/- 0,01.

5.3.2.3 Preservación de las muestras. Las muestras de agua cruda y potable ya recolectadas no necesitan de preservantes, solamente mantenerse refrigeradas. Para realizar el muestreo y preservación de las muestras de cloruros, fosfatos, hierro y sulfatos, se siguieron las recomendaciones listadas en la tabla 2.

## **5.4 ANÁLISIS QUIMICO DE CLORUROS, FOSFATOS, HIERRO Y SULFATOS**

### **5.4.1 Análisis Espectrofotométrico.**

Una vez en el laboratorio, se determinaron los parámetros fisicoquímicos citados en este trabajo, basados en los métodos oficializados en el Standard Methods. Cada ensayo se realizó por triplicado empleando en todos los casos blanco de reactivos.

5.4.1.1 Fosfatos. Para la determinación de fosfatos en las muestras de agua cruda y potable se toma 100 +/- 0,01 mL de cada muestra, las cuales reaccionan con molibdato de amonio y cloruro estañoso para formar un complejo de color azul que se midió en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 690 nm. La concentración total de fosfatos en las muestras se determinó por extrapolación de las absorbancias en la curva patrón.

5.4.1.2 Cloruros. Para la determinación de cloruros en las muestras de agua cruda y potable se toma 100 +/- 0,01 mL de cada muestra, se ajusta el pH entre 7 y 8,3 con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ó NaOH, cuando sea necesario, luego se añade 1,0 mL de solución indicadora de K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>, se titula con patrón de nitrato de plata hasta la aparición de un color rojo ladrillo. La concentración de cloruros en las muestras se determina mediante la siguiente ecuación: <sup>(4)</sup>

$$\text{(mg Cl}^- \text{ / L)} = \text{[(A-B) * N * 35,450] / Vm;} \quad \text{(Ecuación 13)}$$

Donde:

A = Volumen de solución de AgNO<sub>3</sub> gastado en la titulación de la muestra, en mL.

B = Volumen de solución de AgNO<sub>3</sub> gastado en la titulación del blanco, en mL.

N = Normalidad de la solución de AgNO<sub>3</sub>

35.450 = Peso equivalente del cloruro en mg / eq-g.

Vm = volumen de muestra de agua titulada, en mL.

5.5.1.3 Hierro Total. Para la determinación de hierro en las muestras de agua cruda y potable se toma 50 $\pm$  0,01 mL de cada muestra, se agregan 2,0 mL de HCl concentrado y 1,0 mL del reactivo de hidroxilamina y se calienta a ebullición hasta total disolución del hierro. Se enfría la muestra a temperatura ambiente y se le adiciona 10 mL de solución amortiguadora de acetato y 2,0 mL de 1-10 fenantrolina y se diluye a 100  $\pm$  0,01 mL. Se mezcla bien y se deja en reposo 15 minutos, y se procede a leer la absorbancia en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 510 nm. Se corre un blanco para los reactivos y el agua destilada. <sup>(6)</sup>

La concentración de hierro total se estima interpolando la absorbancia leída en la curva de calibración.

5.5.1.4 Sulfatos. Para la determinación de sulfatos en los 100  $\pm$  0,01 mL de agua cruda y potable, se agregan 20 mL de solución reguladora, y se mide la turbiedad, luego se adiciona 6,50 g de cristales de cloruro de bario y se agita por un minuto, se deja reposar por cinco minutos y se toma la medida en un turbidímetro.

La concentración de  $\text{SO}_4^{2-}$  en las muestras se calcula por comparación de la turbiedad con la curva de calibración obtenida con patrones de concentración conocida. Para la determinación de la turbiedad se hace una dilución de 1:10.

## 6.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 6.1 ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINACIÓN DE FOSFATOS Y HIERRO.

La estandarización del método espectrofotométrico permite establecer los límites prácticos de la técnica empleada, además de asegurar la precisión y exactitud de los datos obtenidos. Para tal efecto, se emplean los enunciados y definiciones del anexo.

**6.1.1 Linealidad.** Se realizó una curva para fosfatos y hierro en la que se gráfica la absorbancia en función de la concentración de cada una de las soluciones patrón. Las curvas se construyeron teniendo en cuenta los parámetros espectrofotométricos especificados en las tablas 3 y 4.

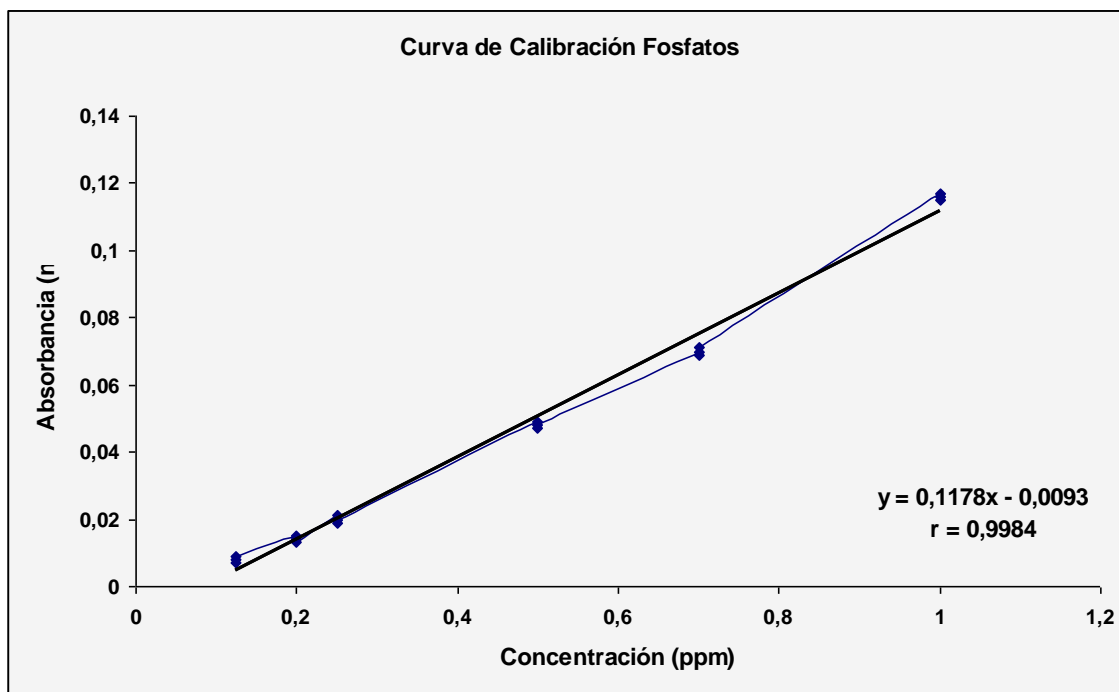
**Tabla 3.** Valores para la curva de calibración de Fosfatos.  
(Rango 0,125-1,00mg/L).

Concentración Fosfatos (mg/L)	Absorbancia 1	Absorbancia 2	Absorbancia 3	Absorbancia Promedio
0,125	0,008	0,007	0,009	0,008
0,200	0,015	0,014	0,013	0,014
0,250	0,021	0,019	0,020	0,020
0,500	0,049	0,047	0,048	0,048
0,700	0,070	0,069	0,071	0,070
1,000	0,117	0,115	0,116	0,116

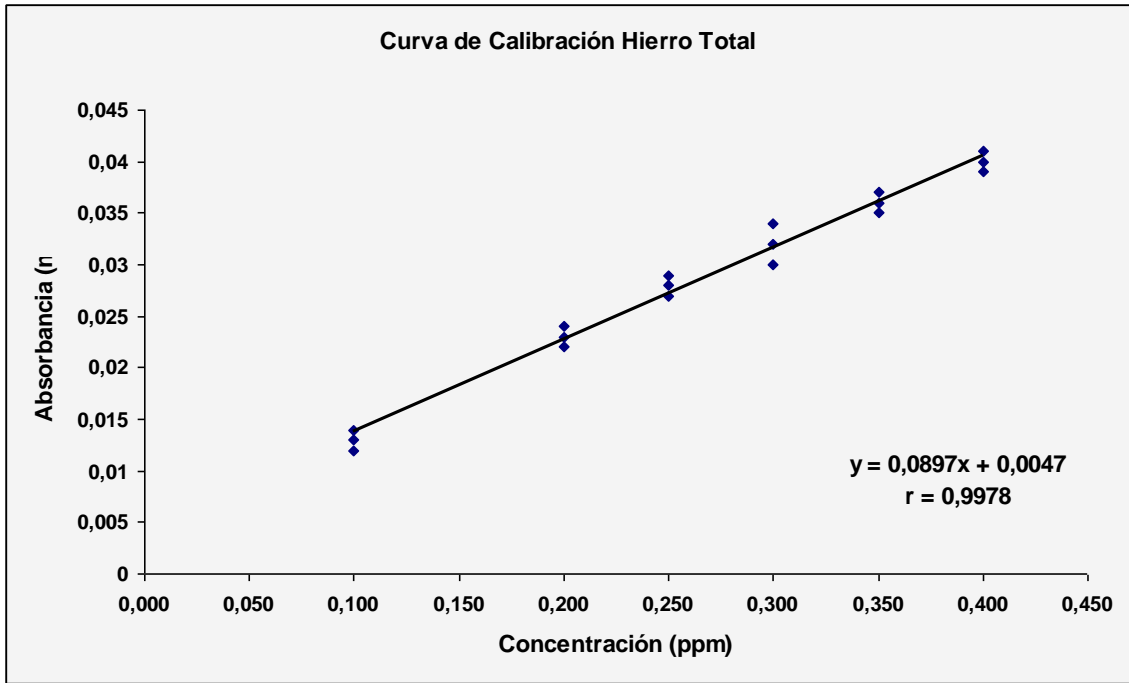
**Tabla 4.** Valores para la curva de calibración de Hierro Total.  
(Rango 0,100-0,400 mg/L).

Concentración Hierro	Absorbancia 1	Absorbancia 2	Absorbancia 3	Absorbancia Promedio
0,100	0,012	0,014	0,013	0,013
0,200	0,024	0,022	0,023	0,023
0,250	0,028	0,029	0,027	0,028
0,300	0,030	0,032	0,034	0,032
0,350	0,037	0,036	0,035	0,036
0,400	0,041	0,040	0,039	0,040

Las curvas de cuantificación de fosfatos y hierro están en un rango de concentración entre 0,125-1,00 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>/L para fosfatos, y para hierro el rango esta entre 0,100 y 0,400 mg de Fe/L. Estas concentraciones corresponden a los niveles de estos metales en aguas cruda y potable. (Ver Figuras 6 y 7)



**Figura 6.** Curva de calibración para la determinación de fosfatos en agua cruda y potable por espectrofotometría.



**Figura 7.** Curva de calibración para la determinación de hierro en agua cruda y potable por espectrofotometría.

De acuerdo a las curvas anteriores y a los coeficientes de correlación obtenidos (valores próximos a 1), se demuestra la respuesta lineal que presenta la absorbancia dentro del rango de concentraciones trabajadas. Sin embargo, el mejor indicador del modelo lineal es el test estadístico, en el que se calculó el valor de  $t_r$  siendo mayor en todos los casos al compararlo con el  $t_{\text{tabla}}$  para un 95% de confianza y  $n-2$  grados de libertad, lo que indica una correlación lineal significativa. Las medidas de absorbancia se realizaron por triplicado con el fin de estandarizar el método.

**Tabla 5.** Test estadístico como indicador de una correlación lineal significativa.

Metal	$t_r$	$t_{\text{tabla}}$
Fosfatos	35,34	2,78 para 95%
Hierro Total	31,58	



## 6.1.2 Precisión

6.1.2.1 Repetibilidad. Para determinar la precisión de la técnica se midió por triplicado la absorbancia de cada uno de los puntos de la curva de trabajo de fosfatos y hierro. Se calculó la desviación estándar y el coeficiente de variación de las absorbancias obtenidas con el fin de evaluar la dispersión.

**Tabla 6.** Concentraciones del estándar de fosfatos y sus respectivas desviaciones estándar en un rango de 0,125 a 1,00 mg PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>/L.

Concentración Fosfatos	Absorbancia 1	Absorbancia 2	Absorbancia 3	Absorbancia Promedio	s	CV %
0,125	0,008	0,007	0,009	0,008	0,001	12,5
0,200	0,015	0,014	0,013	0,014	0,001	7,14
0,250	0,021	0,019	0,020	0,020	0,001	5,00
0,500	0,049	0,047	0,048	0,048	0,001	2,08
0,700	0,070	0,069	0,071	0,070	0,001	1,43
1,000	0,117	0,115	0,116	0,116	0,001	0,91

**Tabla 7.** Concentraciones del estándar de hierro y sus respectivas desviaciones estándar en un rango de 0,100 a 0,400 mg de Fe/L.

Concentración Hierro	Absorbancia 1	Absorbancia 2	Absorbancia 3	Absorbancia Promedio	s	CV %
0,10	0,012	0,014	0,013	0,013	0,001	7,69
0,20	0,024	0,022	0,023	0,023	0,001	4,34
0,25	0,028	0,029	0,027	0,028	0,001	3,57
0,30	0,030	0,032	0,034	0,032	0,001	6,25
0,35	0,037	0,036	0,035	0,036	0,001	2,77
0,40	0,041	0,040	0,039	0,040	0,001	2,50

En las tablas 6 y 7 se puede observar que el CV sobrepasa el valor estipulado para los primeros valores en la curva de fosfatos y para el hierro solo el primer valor, pero los valores calculados para fosfatos y hierro son muy bajos: 0,91-5,00% para fosfatos y 2,50-4,34% para hierro, demostrando que la técnica espectrofotométrica presenta repetibilidad dentro del rango de concentraciones examinadas para un intervalo de aceptación del 95%.

A continuación se realiza un análisis estadístico comparativo donde se compara la absorbancia media entre los diferentes estándares de concentraciones para fosfatos y hierro. Previa validación de los supuestos de normalidad e igualdad de varianzas, y siguiendo el modelo de ANOVA (Análisis de Varianza) de un factor.

**Tabla 8. ANOVA de un factor - Fosfatos**

**ANOVA**

Adsorbancia

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Inter-grupos	,026	5	,005	5174,400	,000
Intra-grupos	,000	12	,000		
Total	,026	17			

**Pruebas post hoc  
Subconjuntos homogéneos**

**Adsorbancia para diferentes concentraciones de Fosfatos - Prueba de Duncan**

Duncan<sup>a</sup>

Concentraciones de Fosfatos en mg/L	N	Subconjunto para alfa = .05					
		1	2	3	4	5	6
0,125	3	,00800					
0,20	3		,01400				
0,25	3			,02000			
0,5	3				,04800		
0,7	3					,07000	
1	3						,11600
Sig.		1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000

Se muestran las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Usa el tamaño muestral de la media armónica = 3,000.

**Tabla 9. ANOVA de un factor - Hierro**

**ANOVA**

Adsorbancia					
	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Inter-grupos	,001	5	,000	188,533	,000
Intra-grupos	,000	12	,000		
Total	,001	17			

**Pruebas post hoc  
Subconjuntos homogéneos**

**Adsorbancia para diferentes concentraciones de Hierro - Prueba de Duncan**

Duncan <sup>a</sup>							
Concentraciones de Hierro en mg/L	N	Subconjunto para alfa = .05					
		1	2	3	4	5	6
0,1	3	,01300					
0,20	3		,02300				
0,25	3			,02800			
0,3	3				,03200		
0,35	3					,03600	
0,4	3						,04000
Sig.		1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000

Se muestran las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Usa el tamaño muestral de la media armónica = 3,000.

En las tablas 8 y 9 se observa la evaluación de las concentraciones que presentaron diferencias mediante la prueba de Duncan de comparaciones múltiples de grupos de medias. Al observar el *valor-p* (Sig.) asociado a cada prueba de ANOVA, en las tablas 8 y 9, se rechaza la hipótesis de igualdad de medias. Se encontraron diferencias estadísticamente significativas en la absorbancia entre concentraciones, para cada elemento.

6.1.2.2 Reproducibilidad. Para tal fin se midieron por triplicado durante quince días una sola vez por día, tres soluciones patrón de fosfatos y hierro de

diferente concentración, obteniéndose los datos que se muestran en las siguientes tablas. (Tablas 10 y 11)

**Tabla 10.** Reproducibilidad de las concentraciones de tres estándares de fosfatos en un periodo de 15 días. (Mirar Anexo).

Concentración Referencia (ppm)	Día 1	Día 2	Día 3	Día 10	Día 15	Concentración Promedio	s	CV %
0,10	0,102	0,105	0,103	0,103	0,106	0,103	0,0015	1,46
0,45	0,452	0,455	0,453	0,452	0,455	0,453	0,0016	0,35
1,00	1,050	1,030	1,020	1,030	1,040	1,030	0,015	1,45

**Tabla 11.** Reproducibilidad de las concentraciones de tres estándares de hierro en un periodo de 15 días. (Mirar Anexo).

Concentración Referencia (ppm)	Día 1	Día 2	Día 3	Día 10	Día 15	Concentración promedio	s	CV %
0,10	0,102	0,101	0,103	0,104	0,101	0,103	0,0015	1,46
0,25	0,251	0,253	0,255	0,255	0,253	0,253	0,0014	0,55
0,35	0,353	0,355	0,353	0,351	0,355	0,353	0,0015	0,43

En las tablas 10 y 11 se puede concluir que el método espectrofotométrico es reproducible, y que tanto la desviación estándar (s) como el CV son bajos, lo que sugiere que los datos obtenidos son confiables.

### 6.1.3 Sensibilidad

6.1.3.1 Límite de detección (**LD**). Para calcular el LD para hierro y fosfatos se utilizaron los datos de las curvas de calibración (figura 6 y7) y las ecuaciones del anexo, obteniéndose los valores que se presentan a continuación.

**Tabla 12.** Límite de detección (LD) para fosfatos y hierro.

Metales	Desviación estándar de la pendiente	Intercepto con eje Y $Y_B$	Valor Y	Límite de detección (LD) (ppm)
Fosfatos	0,0580	-0,0093	0,0012	0,1227
Hierro	0,0028	0,0047	0,0024	0,0067

Comparando el límite de detección obtenido, se encontró que la metodología propuesta es más sensible que otras técnicas usadas para este tipo de análisis, como por ejemplo la técnica colorimétrica.

6.1.3.2 Límite de Cuantificación (**LC**). A partir de las mismas curvas de fosfatos y hierro utilizadas para calcular el LD y las ecuaciones del anexo, se procede a determinar el LC, obteniéndose los datos de la tabla siguiente.

**Tabla 13.** Límite de Cuantificación (LC) para fosfatos y hierro.

Metales	Desviación estándar de la pendiente	Intercepto con eje Y $Y_B$	Valor Y	Límite de cuantificación (LC) (ppm)
Fosfatos	0,0580	-0,0093	0,0012	0,4307
Hierro	0,0028	0,0047	0,0024	0,0020

Tanto en la reproducibilidad como en la repetibilidad, se obtuvieron CV menores al 10% para fosfatos y hierro, que permiten realizar mediciones precisas, lo cual es excelente para la determinación de compuestos que se encuentran a niveles

bajos en aguas cruda y potable. Además, con los cálculos anteriores también fue posible comprobar que el método espectrofotométrico ofrece bajos límites de detección, cuantificación y alta sensibilidad.

**6.1.4 Exactitud.** Con el fin de establecer la exactitud de la técnica analítica, se realizó el test de student con base en los datos obtenidos en las curvas de calibración de fosfatos y hierro. (Tablas 3 y 4).

**Tabla 14.** Datos para realizar el t de student y calcular el porcentaje de recuperación de estándares de fosfatos en un rango de concentraciones de 0,125 a 1,00 ppm.

Concentración <b>PO<sub>4</sub><sup>3-</sup></b> <b>(ppm)</b>	% RECUPERACIÓN			R Promedio	s	CV	Promedios Totales
0,125	98,62	98,65	98,68	98,65	0,03	0,03	R =99,7 s = 0,77 RSD = 0,8 t <sub>obt</sub> = 0,92 t <sub>tabla 95%</sub> = 2,10
0,200	99,15	99,73	99,83	99,57	0,36	0,37	
0,250	99,49	98,64	99,93	99,35	0,65	0,66	
0,500	98,27	99,44	98,31	98,67	0,66	0,67	
0,700	98,60	100,55	102,55	100,57	1,97	1,96	
1,000	102,18	100,24	101,30	101,24	0,97	0,96	

**Tabla 15.** Datos para realizar el t de student y calcular el porcentaje de recuperación de estándares de hierro total en un rango de concentraciones de 0,100 a 0,400 ppm.

Concentración Hierro Total (ppm)	% RECUPERACIÓN			R Promedio	s	CV	Promedios Totales
0,100	98,66	99,49	99,54	99,23	0,49	0,49	R = 99,12 s = 1,47 RSD = 1,49 t <sub>obt</sub> = 1,45 t <sub>tabla</sub> 95%= 2,10
0,200	99,78	96,89	97,12	99,93	2,91	2,97	
0,250	98,45	98,65	98,55	98,55	0,10	0,10	
0,300	99,25	100,35	98,75	99,45	0,82	0,82	
0,350	100,81	99,22	99,57	99,87	0,83	0,83	
0,400	103,38	99,69	95,97	99,68	3,70	3,71	

La recuperación porcentual (R) promedio total se da como resultado del promedio de R de cada concentración, teniendo en cuenta que cada concentración fue leída tres veces, obteniéndose tres concentraciones que son promediadas para dar la concentración obtenida por curva. De esta manera, el número de datos para fosfatos es 18 y los grados de libertad son 17 para 95% de confianza, mientras que para hierro el número de datos es 18 y los grados de libertad son 17 para 95% de confianza. Además cabe aclarar que R corresponde a la relación de la concentración que da la señal respecto a la concentración del estándar preparado.

Para que la exactitud exista es necesario que  $t_{obt}$  sea menor que  $t_{tabla}$ , parámetro que se cumple para fosfatos y hierro, verificándose la exactitud del sistema.



## 6.2 ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINACIÓN DE SULFATOS.

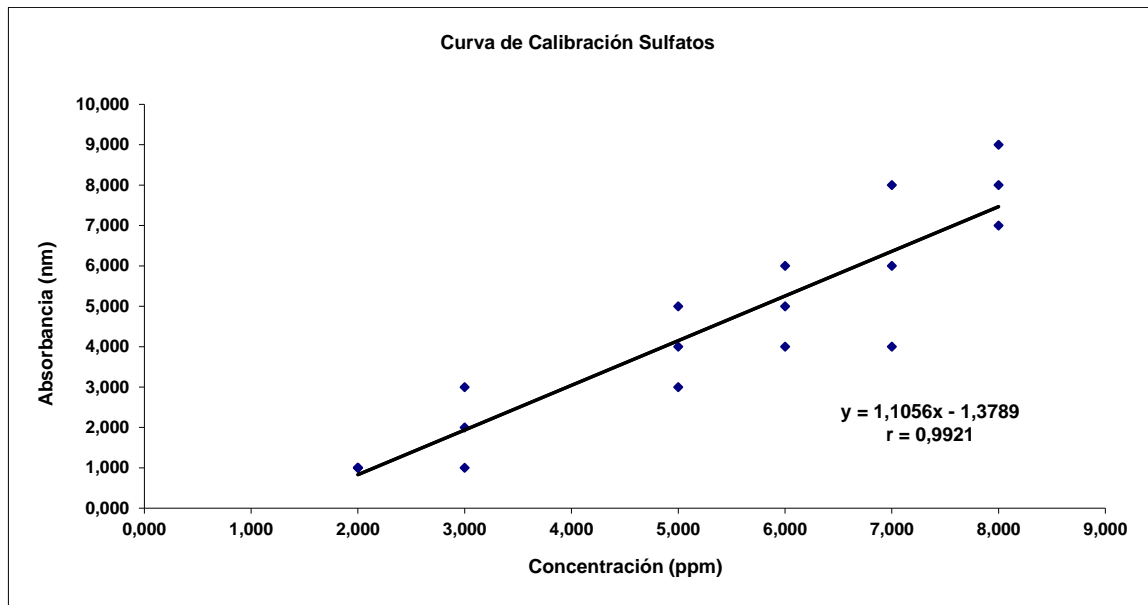
La estandarización del método turbidimétrico permite establecer los límites prácticos de la técnica empleada, además de asegurar la precisión y exactitud de los datos obtenidos. Para tal efecto, se emplean los enunciados y definiciones del anexo.

**6.2.1 Linealidad.** Se realizó una curva para sulfatos en la que se gráfica la turbiedad en función de la concentración de cada una de las soluciones patrón, donde el área bajo la curva es proporcional a la concentración. La curva se construyó teniendo en cuenta los parámetros espectrofotométricos especificados en la tabla 16.

**Tabla 16.** Curva de calibración de Sulfatos (Rango 2,00 – 8,00 mg/L)

Concentración Sulfatos (ppm)	Turbiedad 1 (NTU)	Turbiedad 2 (NTU)	Turbiedad 3 (NTU)	Turbiedad Promedio (NTU)
2,000	1,000	1,000	1,000	1,000
3,000	2,000	1,000	3,000	2,000
5,000	5,000	4,000	3,000	4,000
6,000	6,000	5,000	4,000	5,000
7,000	4,000	8,000	6,000	6,000
8,000	9,000	8,000	7,000	8,000

La curva de cuantificación de sulfatos está en un rango de concentración entre 2,00 – 8,00 mg /L. Estas concentraciones corresponden a los niveles de estos metales en aguas cruda y potable. (Ver figura 8)



**Figura 8.** Curva de calibración para la determinación de sulfatos en agua cruda y potable por turbidimetría.

De acuerdo a la curva anterior y al coeficiente de correlación obtenido (valores próximos a 1), se demuestra la respuesta lineal que presenta la turbiedad dentro del rango de concentraciones trabajadas. Sin embargo, el mejor indicador del modelo lineal es el test estadístico, en el que se calculó el valor de  $t_r$  siendo mayor en todos los casos al compararlo con el  $t_{\text{tabla}}$  para un 95% de confianza y  $n-2$  grados de libertad, lo que indica una correlación lineal significativa. Las medidas de turbiedad se realizaron por triplicado con el fin de estandarizar el método.

**Tabla 17.** Test estadístico como indicador de una correlación lineal significativa.

Metal	$t_r$	$t_{\text{tabla}}$
Sulfatos	15,72	2,78 para 95%

## 6.2.2 Precisión

6.2.2.1 Repetibilidad. Para determinar la precisión del método se midió por triplicado la turbiedad de cada uno de los puntos de la curva de trabajo de sulfatos. Se calculó la desviación estándar y el coeficiente de variación de la turbiedad obtenida con el fin de evaluar la repetibilidad.

**Tabla 18.** Concentraciones del estándar de sulfatos y sus respectivas desviaciones estándar en un rango de 2,00 a 8,00 mg /L.

Concentración Sulfatos (ppm)	Turbiedad 1 (NTU)	Turbiedad 2 (NTU)	Turbiedad 3 (NTU)	Turbiedad Promedio (NTU)	S	CV (%)
2,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	12,5
3,0	2,0	1,0	3,0	2,0	1,0	9,10
5,0	5,0	4,0	3,0	4,0	1,0	5,60
6,0	6,0	5,0	4,0	5,0	1,0	4,50
7,0	4,0	8,0	6,0	6,0	1,0	3,30
8,0	9,0	8,0	7,0	8,0	1,0	2,80

En la tabla anterior (tabla 18) se puede observar que el CV para la concentración de 2,000 sobrepasa el valor estipulado (10% máximo valor admitido para este parámetro), pero para las otras concentraciones los valores calculados no exceden el 10%, demostrando que el método turbidimétrico presenta repetibilidad dentro del rango de concentraciones examinadas para un intervalo de aceptación del 95%.

A continuación se realiza un análisis estadístico comparativo donde se compara la absorbancia media entre los diferentes estándares de concentraciones para

sulfatos. Previa validación de los supuestos de normalidad e igualdad de varianzas, y siguiendo el modelo de ANOVA (Análisis de Varianza) de un factor.

**Tabla 19. ANOVA de un factor - Sulfatos**

**ANOVA**

Adsorbancia

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Inter-grupos	100,000	5	20,000	15,000	,000
Intra-grupos	16,000	12	1,333		
Total	116,000	17			

**Pruebas post hoc  
Subconjuntos homogéneos**

**Adsorbancia para diferentes concentraciones de Sulfatos - Prueba de Duncan**

Duncan<sup>a</sup>

Concentraciones de Sulfatos en mg/L	N	Subconjunto para alfa = .05			
		1	2	3	4
2	3	1,00			
3	3	2,00	2,00		
5	3		4,00	4,00	
6	3			5,00	
7	3			6,00	6,00
8	3				8,00
Sig.		,310	,055	,066	,055

Se muestran las medias para los grupos en los subconjuntos homogéneos.

a. Usa el tamaño muestral de la media armónica = 3,000.

En la tabla 19 se observa la evaluación de las concentraciones que presentaron diferencias mediante la prueba de Duncan de comparaciones múltiples de grupos de medias. Al observar el *valor-p* (Sig.) asociado a cada prueba de ANOVA en la tabla 19, se rechaza la hipótesis de igualdad de medias.

Se encontraron diferencias estadísticamente significativas en la absorbancia entre concentraciones, para este elemento.

6.2.2.2 Reproducibilidad. Para tal fin se midieron por triplicado durante quince días una sola vez por día, tres soluciones patrón de sulfatos de diferente concentración, obteniéndose los datos que se muestran en la tabla 19.

**Tabla 20.** Reproducibilidad de las concentraciones de tres estándares de sulfatos en un periodo de 15 días. (Mirar anexo)

Concentración Referencia (ppm)	Día 1 (ppm)	Día 2 (ppm)	Día 3 (ppm)	Día 10 (ppm)	Día 15 (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV (%)
2,00	2,010	2,050	2,030	2,030	2,060	2,030	0,017	0,42
5,00	5,030	5,040	5,070	5,070	5,060	5,050	0,015	0,08
8,00	8,040	8,080	8,070	8,050	8,040	8,060	0,015	0,04

Según la tabla anterior se puede concluir que el método turbidimétrico es reproducible, y que tanto la desviación estándar (s) como el coeficiente de variación (CV) son bajos, lo que indica y asegura que los datos obtenidos son confiables.

### 6.2.3 Sensibilidad

6.2.3.1 Límite de Detección (LD). Para calcular el LD para sulfatos se utilizaron los datos de la curva de calibración (figura 9) y las ecuaciones del anexo, obteniéndose los valores que se presentan a continuación.

**Tabla 21.** Límite de detección (LD) para sulfatos.

<b>Metal</b>	<b>Desviación estándar de la pendiente</b>	<b>Intercepto con eje Y <math>Y_B</math></b>	<b>Valor Y</b>	<b>Límite de detección (LD) (ppm)</b>
Sulfatos	0,086	-1,3789	1,032	2,5

Comparando el límite de detección obtenido, se encontró que la metodología propuesta es más sensible que otras técnicas usadas para este tipo de análisis.

6.2.3.2 Límite de Cuantificación (LC). A partir de las mismas curvas de sulfatos utilizadas para calcular el LD y las ecuaciones del anexo, se procede a determinar el LC, obteniéndose los datos de la tabla 20.

**Tabla 22.** Límite de Cuantificación (LC) para sulfatos.

<b>Metales</b>	<b>Desviación estándar de la pendiente</b>	<b>Intercepto con eje Y <math>Y_B</math></b>	<b>Valor Y</b>	<b>Límite de cuantificación (LC) (ppm)</b>
Sulfatos	0,086	-1,3789	1,032	3,061

Tanto en la reproducibilidad como en la repetibilidad, se obtuvieron CV menores al 10%, que permiten realizar mediciones precisas, lo cual es excelente para la determinación de compuestos que se encuentran a niveles bajos en aguas cruda y potable. Además, con los cálculos anteriores también fue posible comprobar que el método espectrofotométrico ofrece bajos límites de detección, cuantificación y alta sensibilidad.

**6.2.4 Exactitud.** Con el fin de establecer la exactitud del método analítico, se realizó el test de student con base en los datos obtenidos en las curvas de calibración de sulfatos. (Tabla 16).

**Tabla 23.** Datos para realizar el t de student y calcular el porcentaje de recuperación de estándares de sulfatos en un rango de concentraciones de 2.00 a 8.00 ppm.

Concentración Sulfatos (ppm)	% RECUPERACIÓN	R Promedio	s	CV	Promedios Totales
2,000	98,78 99,49 99,45	99,24	0,40	0,40	R = 98.80 s = 1,51 RSD = 1,52 t <sub>obt</sub> = 1,93 t <sub>tabla 95%</sub> = 2,10
3,000	99,66 96,89 97,21	97,92	1,51	1,54	
5,000	98,52 98,35 98,77	98,55	0,21	0,21	
6,000	99,58 100,65 96,78	99,00	1,99	2,01	
7,000	100,38 97,96 97,89	98,74	1,42	1,44	
8,000	103,18 96,25 98,56	99,33	3,53	3,55	

La recuperación porcentual (R) promedio total se da como resultado del promedio de R de cada concentración, teniendo en cuenta que cada concentración real fue leída por triplicado, obteniéndose tres concentraciones que son promediadas para dar la concentración obtenida por curva. De esta manera, el número de datos es 18 y los grados de libertad son 17 para 95% de confianza. Además cabe aclarar que R corresponde a la relación de la concentración que da la señal respecto a la concentración del estándar preparado.

Para que la exactitud exista es necesario que  $t_{obt}$  sea menor que  $t_{tabla}$ , parámetro que se cumple para sulfatos, verificándose la exactitud del sistema.

### **6.3 DETERMINACIÓN DE CLORUROS**

La salinidad de un agua provocada fundamentalmente por cloruros y sulfatos puede impedir su uso en agricultura, para consumo humano e utilización industrial. Puede producir mortalidad o al menos forzar la emigración de numerosas especies.

La concentración de cloruros oscila entre 3,3 y 3,6 mg/L para agua cruda y potable respectivamente, no sobrepasando el valor estipulado por la norma colombiana de 250 mg/L, establecido en el Decreto 2105/83 del Ministerio de Salud.

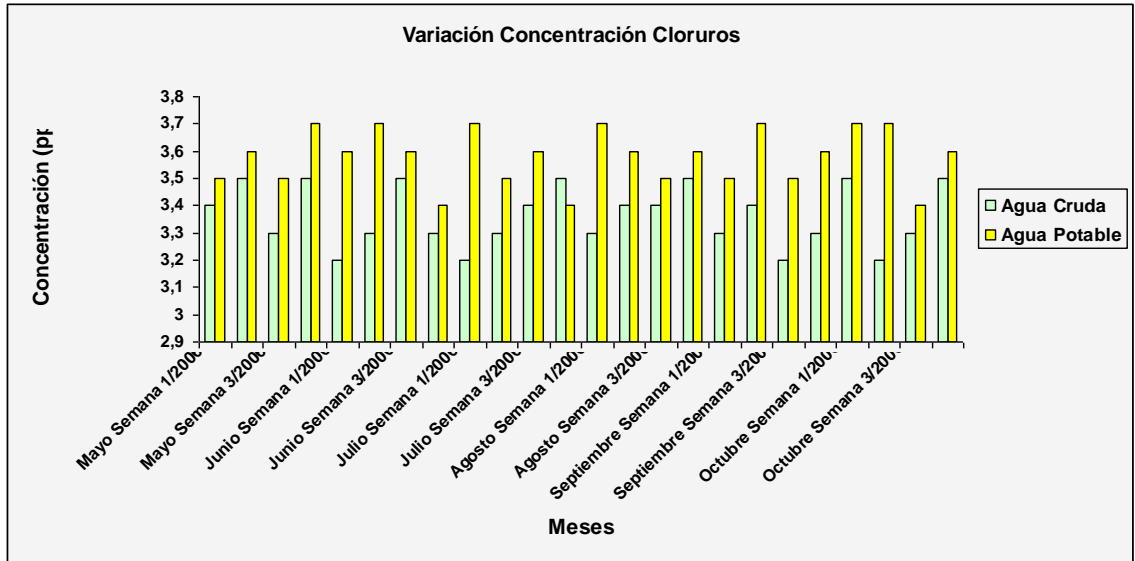
Como se observa en la tabla 20 están los promedios de las diferentes concentraciones de cloruros tanto para agua cruda como potable durante los meses de mayo a octubre.

En la figura 9 se muestra por medio de barras el promedio para agua cruda y potable durante los ocho meses que duró el trabajo.



**Tabla 24.** Valores de concentración de cloruros para aguas cruda y potable.

<b>Fecha</b>	<b>Agua Cruda (ppm) Promedio</b>	<b>Agua Potable (ppm) Promedio</b>
Mayo Semana 1/2006	3,4	3,5
Mayo Semana 2/2006	3,5	3,6
Mayo Semana 3/2006	3,3	3,5
Mayo Semana 4/2006	3,5	3,7
Junio Semana 1/2006	3,2	3,6
Junio Semana 2/2006	3,3	3,7
Junio Semana 3/2006	3,5	3,6
Junio Semana 4/2006	3,3	3,4
Julio Semana 1/2006	3,2	3,7
Julio Semana 2/2006	3,3	3,5
Julio Semana 3/2006	3,4	3,6
Julio Semana 4/2006	3,5	3,4
Agosto Semana 1/2006	3,3	3,7
Agosto Semana 2/2006	3,4	3,6
Agosto Semana 3/2006	3,4	3,5
Agosto Semana 4/2006	3,5	3,6
Septiembre Semana 1/2006	3,3	3,5
Septiembre Semana 2/2006	3,4	3,7
Septiembre Semana 3/2006	3,2	3,5
Septiembre Semana 4/2006	3,3	3,6
Octubre Semana 1/2006	3,5	3,7
Octubre Semana 2/2006	3,2	3,7
Octubre Semana 3/2006	3,3	3,4
Octubre Semana 4/2006	3,5	3,6



**Figura 9.** Promedio de la Concentración de Cloruros

## 7. DETERMINACIÓN DE FOSFATOS, CLORUROS, HIERRO TOTAL Y SULFATOS EN AGUA CRUDA Y POTABLE.

Las muestras de agua cruda y potable de la Planta de Tratamiento el Tablazo se analizaron por espectrofotometría, volumetría y turbidimetría, teniendo en cuenta todas las condiciones de trabajo anteriormente estandarizadas. En las tablas 25 y 26 se registran los valores de los niveles de fosfatos, hierro total, cloruros y sulfatos encontrados en agua cruda y potable.

**Tabla 25.** Niveles de Fosfatos, Hierro Total, Cloruros y Sulfatos en las muestras de Agua Cruda de la Planta de Tratamiento el Tablazo.

Muestras	Concentración (ppm)			
	Fosfatos	Hierro Total	Cloruros	Sulfatos
Agua Cruda	0.538	0.140	3.362	6.190

**Tabla 26.** Niveles de Fosfatos, Hierro Total, Cloruros y Sulfatos en las muestras de Agua Potable de la Planta de Tratamiento el Tablazo.

Muestras	Concentración (ppm)			
	Fosfatos	Hierro Total	Cloruros	Sulfatos
Agua Potable	0.434	0.150	3,500	6.792

## 8. CONCLUSIONES

- La aplicación del método espectrofotométrico y turbidimétrico demostró ser alternativa viable y útil para la cuantificación de fosfatos y hierro en aguas cruda y potable, ya que luego de optimizar las diferentes variables espectrofotométricas se obtuvieron excelentes parámetros analíticos como: linealidad en el rango de trabajo, precisión del instrumento, exactitud y sensibilidad del método, suministrando resultados satisfactorios.
- Se comprobó que los tres métodos (espectrofotométrico, turbidimétrico y volumétrico) no son solamente económicos y simples sino también rápidos y exactos en la determinación de fosfatos, hierro, cloruros y sulfatos; de manera que estos métodos pueden aplicarse en la determinación de fosfatos, cloruros, hierro total y sulfatos en aguas cruda y potable u otro tipo de matrices.
- El método de cuantificación permitió alcanzar límites de detección y límites de cuantificación para fosfatos, hierro significativamente menores, además de presentar otras ventajas en lo que se refiere a costos, infraestructura; por lo cual es una alternativa en este tipo de análisis.
- Los niveles de fosfatos, hierro, cloruros y sulfatos en agua cruda y potable de la Planta de Tratamiento el Tablazo son bajos y se encuentra dentro de los valores permitidos por la normatividad colombiana.

## 9. RECOMENDACIONES

- Se recomienda el uso de las diferentes técnicas estandarizadas ya que son una alternativa segura y útil para la cuantificación de fosfatos, hierro, cloruros y sulfatos, además por sus bajos costos y fácil manejo de los equipos.
- Capacitar al personal que trabaja en el laboratorio para que implemente y ponga en uso estas técnicas analíticas que arrojan resultados seguros y confiables.

## BIBLIOGRAFIA

1. PEÑARANDA. S.A., ORTIZ. J.E., CRISTANCHO. C.A., NAVA. G., Validación de Metodologías Alternas para Análisis Físico-químico de aguas para consumo Humano. Subdirección de Epidemiología y L.N.R., Laboratorio de Salud Ambiental. Santa Fe de Bogotá. D.C., 1998. 7-11p
2. Capacitación de Métodos Analíticos Estandarizados para el Seguimiento de la Calidad Físico-química del Agua. Universidad del Valle. Facultad de Ingeniería. INSTITUTO CINARA. Santiago de Cali, 2002. 11-19p
3. Cuarto Curso Taller-Validación de Métodos Analíticos., I.N.S., Subdirección de Epidemiología y L.N.R., Laboratorio de Salud Ambiental. Santa Fe de Bogotá. 2002.
4. PEÑARANDA. S.A., ORTIZ. J.E., PALMA. M.R., Programa Interlaboratorios de Control de Calidad para Agua Potable (PICCAP 2000), Instituto Nal. de Salud. Subdirección de Epidemiología y Laboratorio Nal. de Referencia. Santa Fe de Bogotá. 2000.
5. MACIAS. L. P., Manual de Laboratorio de Química Sanitaria I. Segunda Edición. Facultad de Ingeniería. Universidad del Valle. Santiago de Cali. 2001. 79-85, 94-97p
6. MINISTERIO DE SALUD. Normas Técnicas de Calidad del Agua Potable. Decreto 475 de marzo 10 de 1998

7. CLESCERI, L., S., GREENBERG, A., E., TRUSSELL, R., R., Standard Methods for examination of water and wastewater, 17<sup>th</sup> edition. American Health Association. U.S.A. 1992. 3-115, 3-117, 4-77, 4-78, 4-197, 4-199, 4-232, 4-234p
8. De LORA, F., Control de Calidad y Tratamiento de Agua. Mc Graw Hill.
9. SKOOG, D.A., HOLLER, J.F., NIEMAN, A.T., Principios de Análisis Instrumental. Quinta Edición. Mc Graw Hill. España. 2001. 147-148p
10. SAWYER, C., et al. Química para Ingeniería Ambiental. Cuarta Edición. Bogotá. Mc Graw Hill. 2001
11. CARDENAS, J., A. Manual de Calidad de Aguas para Estudiantes. Universidad Distrital Francisco José de Caldas.
12. BUENO, J., L., et al. Contaminación e Ingeniería Ambiental. Contaminación de las Aguas. Oviedo: Editorial FICYT. 1997. Vol. 3.
13. TEBBUTT. Fundamentos del Control de la Calidad del Agua. Limusa. México. 1995. 37-38p
14. ROA, VANEGAS, L., A., PODESKLY, MORA, E., O. Análisis fisicoquímico de Aguas. Instituto Nacional de Salud (INS). Colombia. 1991.
15. ROMERO, ROJAS, JAIRO, A., ACUIQUIMICA. Editorial Presencia. Primera Ed. Santa Fe de Bogotá. 1996. p. 30-35; 85-105.

16. VIESSMAN, WARREN, Jr. & HAMMER, MARK,J. Water Supply and Pollution control. Sexta Ed. Addison-Wesley. California. 1998. 451p
17. Guidelines for Drinking-Water Quality. Tercera Ed. Vol.1 Recommendations. World Health Organization. 2004
18. MILLER, J.C. and MILLER J.N. Estadística para Química Analítica. 2<sup>a</sup> ed. Addison-Wesley Iberoamerican, S.A. Estados Unidos. 1993. 211p
19. HARRIS, D. Análisis químico cuantitativo. México: Grupo Editorial Iberoamericano, S.A. de CV. 1992.
20. QUE ES EL AGUA. Tomado de Internet el 3 de marzo de 2005. <http://www.aguamarket.com>
21. ORTIZ. J.E., PALMA. M.R., RODRIGUEZ. E., LOPEZ. L.M., Metodología de Análisis Físico-químico y Bacteriológico de Aguas para consumo Humano. Subdirección de Epidemiología y Laboratorio Nal. de Referencia. Santa Fe de Bogotá. 1996.
22. MILLER, J.C. and MILLER J.N. Estadística para Química Analítica. 2<sup>a</sup> ed. Addison-Wesley Iberoamerican, S.A. Estados Unidos. 1993. 211 p.
23. DEAM. Programa de Físicoquímica Ambiental. Protocolo estandarización de métodos analíticos. Bogotá, 1999. 10p.
24. METCALF Y EDDY. Ingeniería de Aguas Residuales. Tratamiento,



Vertido y Reutilización. Tercera Edición. Madrid, España. (1995).

25. CENTRO NACIONAL DEL AGUA. Programa de Capacitación, Plantas de tratamiento. Aguas del Huila S.A. 134p.
26. GIRALDO, G. Manual de Análisis de Aguas. Manizales. Universidad Nacional de Colombia. 1995
27. HILLEBOE, H. Manual de Tratamiento de Aguas. 16ed. México. Limusa. 1996. 11-69p
28. IDEAM, Programa de Fisicoquímica Ambiental. Muestreo. Principios Generales y Requisitos de Norma según Norma ISO 17025. Bogotá, 1998.
29. SANTELLI, R; SALGADO, P. "Turbidimetric determination of sulphate in waters Employing flow Inyection and Lead Sulphate Formation". Anal. Chim. Acta 300 (1995), 149-153p
30. INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS Y CERTIFICACION. Documentación, Presentación de Tesis, Trabajos de Grado y Otros Trabajos de Investigación. 5ed. Bogotá: ICONTEC. 2004. 34p

## ANEXOS

### ESTANDARIZACIÓN DEL MÉTODO

Una vez se ha implementado la técnica espectrofotométrica, turbidimétrica y el método de análisis, se requiere la confirmación de los resultados obtenidos para observar que cumplan con las especificaciones requeridas.

#### LINEALIDAD

Para poder determinar la linealidad (dentro de un rango específico), se elaboran una serie de seis, siete y disoluciones a partir del estándar de referencia, con el fin de analizar cada una por triplicado en el espectrofotómetro y turbidímetro, y así, obtener la curva la curva por regresión lineal, la cual tiene la siguiente forma matemática:

$$y = bx + a$$

(1)

Donde **b** es la pendiente y **a** es el intercepto con el eje y. De ésta manera se obtiene un coeficiente de correlación (**r**), el cual determina la linealidad de dicha curva.

El análisis de regresión lineal por mínimos cuadrados proporciona la ecuación para la mejor recta a través de un conjunto de pares de datos x, y, cuando existe una relación lineal entre las dos variables y los datos en x contienen un mínimo de incertidumbre.

## PRECISIÓN

La precisión es una medida de la concordancia de los resultados con los otros obtenidos exactamente en la misma forma. Este término se utiliza para describir qué tan reproducibles son las mediciones; es decir que tan semejantes son los resultados que se han obtenido exactamente de la misma forma. Por lo general, la precisión de una medición se puede determinar simplemente repitiendo la medición en porciones semejantes de la muestra. Para describir la precisión de un conjunto de datos repetidos se utilizan tres términos muy conocidos: la desviación estándar y la desviación estándar relativa.

### Media de una muestra: $\bar{X}$

Es el valor promedio de una muestra limitada obtenida de una población de datos, y se define por la ecuación:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

### Desviación estándar: $S$

La desviación estándar es una medida de la precisión o dispersión de una población de datos, y está dada por la ecuación:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

### Desviación estándar relativa: RSD

Es el porcentaje de la desviación estándar y se calcula así:

$$RSD = \frac{S \times 100}{\bar{X}}$$

### EXACTITUD

El término exactitud indica qué tan cerca está una medición de su valor verdadero o aceptado, y se expresa como error. Para determinarla se utiliza el t de student:

$$t_{obt} = \frac{|100 - R| \sqrt{n}}{RSD}$$

Donde **R** es la recuperación porcentual y **t<sub>obt</sub>** es el valor de **t** obtenido experimentalmente.

El **t<sub>obt</sub>** es comparado con el valor de **t<sub>tab</sub>** (valor de t tabulado para n-1 grado de libertad); si **t<sub>obt</sub>**, es menor que **t<sub>tab</sub>**, no existe diferencia significativa con el 100% de recuperación, y de esta forma, la exactitud es aprobada.

## **SENSIBILIDAD**

La sensibilidad de un instrumento o de un método mide su capacidad de discriminar entre pequeñas diferencias en la concentración del analito, para lo cual se tiene que los parámetros para evaluar la sensibilidad del método son los límites de detección y cuantificación.

### **Límite de detección: (LD)**

Es la cantidad de concentración de analito que proporciona una señal igual a la señal del blanco,  $Y_B$ , más tres veces la desviación estándar del blanco,  $S_B$ .

Esto con base a la ecuación 6 que define el Límite de detección (LD) como:

$$\mathbf{LD = Y_B + 3S_B}$$

Aquí  $Y_B$  es igual al intercepto de la curva y  $S_B$  al error aleatorio en la dirección  $Y$  ( $S_{y/x}$ ). Una vez realizado las operaciones; esta señal resultante, se introduce en la ecuación de regresión ( $Y = mx + b$ ), de la curva de calibración para determinar la respectiva concentración. <sup>(19)</sup>

### **Límite de cuantificación: (LC)**

Considerado como el límite más bajo para mediciones cuantitativamente precisas, en donde las medidas generalmente se toman cuando éste (**LC**) es igual a diez veces la desviación estándar del blanco. Análogamente al LC se tiene.

$$\mathbf{Y = y_B + 10S_B}$$

**Tabla 1.** Reproducibilidad de las concentraciones de tres estándares de fosfatos en un periodo de 15 días.

Concentración Referencia (ppm)	Día	Concentración (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV %
0,100	1	0,102	0,103	0,0015	1,46
	2	0,105			
	3	0,103			
	4	0,104			
	5	0,101			
	6	0,103			
	7	0,102			
	8	0,104			
	9	0,105			
	10	0,103			
	11	0,102			
	12	0,101			
	13	0,103			
	14	0,102			
	15	0,106			

Concentración Referencia (ppm)	Día	Concentración (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV %
0,450	1	0,452	0,453	0,0016	0,35
	2	0,455			
	3	0,453			
	4	0,451			
	5	0,454			
	6	0,452			
	7	0,453			
	8	0,455			
	9	0,454			
	10	0,452			
	11	0,452			
	12	0,451			
	13	0,456			
	14	0,452			
	15	0,455			

Concentración Referencia (ppm)	Día	Concentración (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV %
1,000	1	1,050	1,030	0,015	1,45
	2	1,030			
	3	1,020			
	4	1,010			
	5	1,030			
	6	1,020			
	7	1,060			
	8	1,020			
	9	1,050			
	10	1,030			
	11	1,040			
	12	1,010			
	13	1,030			
	14	1,020			
	15	1,040			

**Tabla 2.** Reproducibilidad de las concentraciones de tres estándares de hierro total en un periodo de 15 días.

Concentración Referencia (ppm)	Día	Concentración (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV %
0,100	1	0,102	0,103	0,0015	1,46
	2	0,101			
	3	0,103			
	4	0,104			
	5	0,101			
	6	0,103			
	7	0,102			
	8	0,104			
	9	0,105			
	10	0,104			
	11	0,102			
	12	0,101			
	13	0,103			
	14	0,102			
	15	0,101			

Concentración Referencia (ppm)	Día	Concentración (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV %
0,250	1	0,251	0,253	0,0014	0,55
	2	0,253			
	3	0,255			
	4	0,251			
	5	0,254			
	6	0,252			
	7	0,253			
	8	0,255			
	9	0,254			
	10	0,255			
	11	0,252			
	12	0,251			
	13	0,256			
	14	0,252			
	15	0,253			

Concentración Referencia (ppm)	Día	Concentración (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV %
0,350	1	0,353	0,353	0,015	0,43
	2	0,355			
	3	0,353			
	4	0,351			
	5	0,354			
	6	0,352			
	7	0,353			
	8	0,355			
	9	0,354			
	10	0,351			
	11	0,352			
	12	0,351			
	13	0,356			
	14	0,352			
	15	0,355			

**Tabla 3.** Reproducibilidad de las concentraciones de tres estándares de sulfatos en un periodo de 15 días.

Concentración	Día	Concentración	Concentración	S	CV %
---------------	-----	---------------	---------------	---	------

Referencia (ppm)		(ppm)	Promedio (ppm)		
<b>2,000</b>	1	2,010	<b>2,030</b>	<b>0,017</b>	<b>0.42</b>
	2	2,050			
	3	2,030			
	4	2,010			
	5	2,030			
	6	2,020			
	7	2,060			
	8	2,020			
	9	2,050			
	10	2,030			
	11	2,040			
	12	2,010			
	13	2,030			
	14	2,020			
	15	2,060			

Concentración Referencia (ppm)	Día	Concentración (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV %
<b>5,000</b>	1	5,030	<b>5,050</b>	<b>0,0015</b>	<b>0,08</b>
	2	5,040			
	3	5,070			
	4	5,020			
	5	5,050			
	6	5,040			
	7	5,060			
	8	5,040			
	9	5,030			
	10	5,070			
	11	5,020			
	12	5,030			
	13	5,060			
	14	5,050			
	15	5,060			

Concentración Referencia (ppm)	Día	Concentración (ppm)	Concentración Promedio (ppm)	S	CV %
<b>8,000</b>	1	8,040	<b>8,060</b>	<b>0,015</b>	<b>0,04</b>
	2	8,080			
	3	8,070			
	4	8,050			
	5	8,040			
	6	8,010			
	7	8,040			
	8	8,060			
	9	8,070			
	10	8,050			
	11	8,080			
	12	8,040			
	13	8,080			
	14	8,070			
	15	8,040			





