

ANÁLISIS BÁSICOS DE AGUAS PARA FINES ACUÍCOLAS

Wilfredo Noel Guevara¹,
Reyna Calcino Angulo²

INTRODUCCIÓN

El presente manual no tiene la pretensión de enseñar más de lo que se conoce; su objetivo esencial es el de facilitar el trabajo de laboratorio y contribuir a establecer el mejor equilibrio entre la rapidez, por un lado, y la perfección y exactitud por otro.

El presente, es el resultado de la adecuación de técnicas que en forma experimental se han llevado a cabo en nuestros laboratorios y esperamos que sea un aporte para contribuir al conocimiento de las técnicas existentes y sirva de ayuda a las personas y profesionales que se dediquen al estudio acuícola.

RECOMENDACIONES

Las determinaciones físico-químicas del agua deben realizarse observando las siguientes recomendaciones:

1. Temperatura ideal para los análisis.
2. Usar equipos, material de laboratorio apropiado y reactivos químicos de garantía.
3. Realizar los análisis necesarios para conocer la calidad del agua.
4. Para obtener resultados veraces sobre ciertos constituyentes y valores físicos, se requiere análisis inmediatos en el campo, porque la composición de la muestra puede variar antes de llegar al laboratorio.
5. Conservar la muestra en la oscuridad y a baja temperatura hasta que se analice, se sugieren como tiempos límites máximos para muestras destinadas a análisis:

Aguas no contaminadas	: 72 horas.
Aguas ligeramente contaminadas	: 48 horas.
Aguas contaminadas	: 12 horas.

6. Realizar los análisis químicos por duplicado si se dispone de suficiente tiempo, personal y reactivos.

ÍNDICE

01. Determinación de la Temperatura.
02. Determinación de la Visibilidad.
03. Determinación de la Conductividad Eléctrica.
04. Determinación del Oxígeno Disuelto.
05. Determinación del Bióxido de Carbono Libre.
06. Determinación de la Alcalinidad.
07. Determinación del pH.
08. Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO).
09. Demanda Química de Oxígeno (DQO).
10. Determinación de Dureza.
11. Determinación de Calcio.
12. Determinación de Nitratos.
13. Determinación de Amonio.
14. Determinación de Cloruros.
15. Determinación de Sodio y Potasio.
16. Determinación de Ortofosfatos.

EXÁMENES FÍSICOS Y QUÍMICOS DEL AGUA

TEMPERATURA DEL AGUA

Introducción

La temperatura es el factor que más influye en el medio acuático, tiene acción decisiva en la distribución de los seres vivos dentro del medio en que viven, influye en los factores abióticos (estratificación, disociación de iones, etc.) como en los bióticos (velocidad de reacciones químicas en función a la temperatura, etc).

El metabolismo y la reproducción de los seres acuáticos se aceleran más en las aguas calientes que en las frías i, por lo tanto, es el primer factor en la productividad biológica de las aguas.

a. *Temperatura Superficial*

La medición de la temperatura superficial se hará mediante el termómetro simple protegido, graduado cada 0.1 °C y con un rango de 0 °C a 40

1. Ingeniero Pesquero

2. Bachiller en química.

°C, éste deberá ser calibrado previamente frente al termómetro de inversión.

Para casos en que se trabaja evaluando cuerpos de agua como alternativas para la instalación de centros de producción acuícola, las tomas de temperatura se deberán hacer en periodos continuos durante 24 horas cada treinta días, especialmente en la época más fría y cálida de la región. Para evitar pérdidas, se debe asegurar el termómetro al cuello del observador.

b. Temperatura sub-superficial

El registro de temperatura sub-superficial se hará efectivo mediante el uso del termómetro de inversión.

TERMÓMETRO DE INVERSIÓN

Aunque antiguo, es uno de los más exactos y es muy útil para la determinación de la temperatura sub-superficial.

Consiste de un termómetro de mercurio armado en un marco de metal, se baja el termómetro con un cable marcado hasta la profundidad deseada, donde se le deja unos 5 minutos. Después de este tiempo el termómetro indica la temperatura del lugar de exposición y se baja un mensajero por el cable marcado, que hace girar el termómetro 180 grados en el marco de metal. Al girar el termómetro, el hilo de mercurio se quiebra en un estrechamiento del tubo capilar y baja al otro extremo de éste, que ahora se encuentra por abajo. Como el hilo de mercurio está desconectado al reservorio ya no puede influir en su longitud un posible cambio de temperatura al subir el termómetro. Con la división del tubo capilar en 0.1 °C, ahora se puede leer la temperatura con gran exactitud.

Para usar el termómetro nuevamente, se deben unir las dos partes del mercurio, volteando el termómetro 180 grados y calentando el reservorio de mercurio hasta que se fundan las dos partes separadas.

TERMÓMETROS ELÉCTRICOS

Son los más usados en la actualidad, y tienen la ventaja de indicar la temperatura al instante. Constan de 03 partes principales:

- El Termoelemento, que es expuesto a la profundidad deseada.
- El cable que conecta al termoelemento con el instrumento de medición.

- El puente de Wheatstone y el instrumento indicador de lectura.

Antes de usar este termómetro, debe ser calibrado con un termómetro de mercurio patrón.

El tiempo empleado con este termómetro para un perfil es mínimo.

TRANSPARENCIA (VISIBILIDAD)

La transparencia es una medida de la profundidad a la cual uno puede ver dentro del agua. Por supuesto esto es variable con la cantidad de materia orgánica (viva o inerte) e inorgánica en suspensión, con las condiciones del día, con la vista del observador, con el color del lecho, etc.

La densidad del plancton y la materia en suspensión hacen variar el grado de transparencia, mientras mayores son éstas menor será la transparencia y viceversa.

Para medir la transparencia (visibilidad), se usa el *Disco de Secchi*, que consiste en un plato circular de 35 cm de diámetro dividido en cuadrantes, dos de los cuales (opuestos) son pintados de blanco y los otros dos de negro. Este atado a una soguilla graduada en centímetros.

Equipos y materiales

- Disco de Secchi de metal de 35 cm de diámetro, pintado de blanco y negro alternativamente.
- Cabo graduado en intervalos de 10 cm.
- Una regla graduada de 15 cm.

Procedimiento

Introducir el Disco de Secchi en el agua hasta que el dispositivo desaparezca totalmente de la vista del operador (anotar lectura), luego izándolo inmediatamente anotar la profundidad en que reaparece el disco.

El promedio de ambas lecturas señalará el límite de visibilidad (transparencia) en centímetros.

Recomendaciones para medición de transparencia

- Que la agitación del agua sea mínima.
- La lectura deberá efectuarse en el lado protegido de la embarcación.
- La toma de la transparencia se hará en el lado sombreado (de espaldas al sol).
- El ojo del observador debe estar a una distancia fija encima de la superficie del agua (aprox. 30 cm).

- Las observaciones se realizarán al mediodía o a primeras horas de la mañana.
- Registrar en lo posible el grado de agitación de la superficie del agua.
- Registrar también las características cualitativas del estado del tiempo (nubosidad, precipitación, intensidad del sol, etc).
- Para datos de transparencia en cuerpos lóticos, expresar los resultados en términos porcentuales con relación a la profundidad en el momento del muestreo.

CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

Introducción

Es una determinación rápida y precisa de la concentración total de constituyentes ionizados en el agua. Esta concentración es medida a través de la Conductividad Eléctrica entre dos electrodos separados por 01 cm y con un área de 01 cm cuadrados.

Reactivos

- Solución patrón de Cloruro de potasio 0.01 N.

Esta es la solución patrón de referencia que a 25 °C tiene una conductividad eléctrica de 1411.8 micromhos/cm.

Equipo

- Conductímetro.

Procedimiento

1. Prender el conductímetro.
2. Medir la temperatura de la muestra.
3. Llenar la celda de conductividad con una alícuota de muestra.
4. Leer en la escala del conductímetro la conductividad en micromhos/cm.
5. Después de cada lectura debe lavarse la celda con agua destilada.

Cálculos

Corrección en función de la temperatura: la conductividad de un líquido depende en gran medida de la temperatura. Esta temperatura se tomará exactamente en el curso de la medida, y si no se realiza a 25 °C, efectuar la corrección según la fórmula:

$$\text{Conductividad } 25^{\circ}\text{C} = \text{Ct} \times \text{Ft}$$

Siendo:

Ft: Factor de corrección de temperatura, dado en tablas.

Ct: Lectura de Conductividad a una temperatura dada.

MÉTODOS QUÍMICOS

Dado que existen un buen número de descripciones publicados sobre los análisis químicos del agua, se hablará sobre los métodos más importantes, necesarios y básicos a realizar en un cuerpo de agua sujeto a evaluación o de cultivo.

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE OXÍGENO DISUELTO EN EL AGUA

MÉTODO VOLUMÉTRICO DE WINKLER

Principio

El oxígeno disuelto al combinarse con el Hidróxido Manganoso (MnOH_2), forma hidróxidos más fuertes, que al ser acidificados en presencia de I, liberan I_2 , en una cantidad equivalente al contenido de oxígeno disuelto en la muestra. El I_2 es por consiguiente determinado por titulación con Tiosulfato de Sodio.

Reactivos

1. Sulfato Manganoso: 480 g de $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ó 400 g. de $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
Disolver en agua destilada y completar a un litro.
2. Solución yoduro Alcalina: disolver 500 g. de NaOH (ó 700 g de KOH) y 135 g. de NaI (ó 150 g. de KI) en agua destilada y completar a 1,0 litro.
3. Acido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4 : p.e. 1,83-1,84).
4. Solución de Tiosulfato N/40: disolver en agua destilada recién hervida y enfriada, 6.205 g de Tiosulfato de Sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) y completar a 1.0 litro. Adicionar 5 cc de Cloroformo como preservador. La solución se debe estandarizar a intervalos de 30 días con una solución de Dicromato de Potasio 0.025 N.
5. Solución de almidón (indicador): Añadir 1 gramo de almidón soluble a 100 ml de agua. Calentar hasta obtener una solución transparente. Agregar 0.5 ml de formol. Esta solución es estable por 30 días.

Procedimiento

1. Tomar la muestra de agua en una botella de 250 cc. con tapa esmerilada. Agregarle 1 cc de Sulfato manganoso , 1 cc de solución yoduro alcalina y

agitar invirtiendo varias veces la botella. Dejar que el precipitado blanco se asiente en el fondo.

2. Adicionar 1 cc de ácido sulfúrico concentrado y mezclar bien la muestra, invirtiendo varias veces la botella. De esta manera el oxígeno ha sido fijado y puede durar varias horas la muestra.
3. Transferir 200 cc a un erlenmeyer y Titular con Tiosulfato de sodio, hasta que el color se torne a un amarillo pálido.
4. Adicionar 2 cc de almidón que le va a dar una coloración azul a la muestra.
5. Seguir titulando con el tiosulfato de sodio hasta que el color azul desaparezca, dándose por terminado el análisis.

Cálculo de los resultados

$$\text{O}_2 \text{ mg/l} = \frac{\text{Gasto tiosulfato} \times \text{N} \times 8000}{\text{ml M. titulada} \times \frac{\text{ml Frasco-3}}{\text{ml frasco}}}$$

Los resultados en términos de porcentaje de saturación son obtenidos dividiendo el valor de la titulación en cc. por el valor de solubilidad, determinado por la temperatura de la muestra que se expresa en tablas de libros de Limnología.

DETERMINACIÓN DEL BIÓXIDO DE CARBONO LIBRE EN EL AGUA

Principio

El CO₂ libre reacciona con el Na₂CO₃ o con el NaOH para formar NaHCO₃. El punto final de la titulación es dado por la formación del color rosa característico del indicador Fenoltaleína (pH equivalente a 8.3).

Reactivos

1. Indicador de Fenoltaleína: disolver 5 g de fenoltaleína en 1 litro de alcohol al 50%. Neutralizar con NaOH N/50.
2. Solución de NaOH N/44: pesar 0.900 g de NaOH y diluir a un litro con agua destilada, recientemente hervida y enfriada.

Procedimiento

1. Tomar 100 cc de muestra en un tubo de Nessler con el mismo cuidado que para el Oxígeno disuelto.
2. Adicionar 10 gotas de fenoltaleína.
3. Titular con NaOH N/44, hasta que el color rosado permanezca por lo menos 30 segundos.

Cálculos

$$\text{CO}_2 \text{ ppm} = \frac{\text{Gasto ml} \times \text{Fc} \times \text{N} \times 44 \times 1000}{\text{Volumen de muestra}}$$

Donde : Gasto ml : Gasto del NaOH.

Fc : Factor de corrección del NaOH.

N : Normalidad del NaOH.

DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD

La alcalinidad en muchas aguas naturales es debida a los carbonatos presentes, bicarbonatos e hidróxidos. Usando 2 indicadores y un ácido fuerte, estas tres fuentes de alcalinidad pueden ser diferenciadas y medidas.

Materiales

- Frasco erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeta de 5 ml.
- Fiolas.
- Bureta de 10 ml.

Reactivos

1. Indicador de Fenoltaleína. (Ver determinación de CO₂ libre).
2. Indicador de anaranjado de metilo: disolver 0,5 g de anaranjado de metilo de alta calidad en 1 litro de agua destilada. Guardar en frasco oscuro.
3. H₂SO₄ N/50 (0.02N): transferir 10 ml de ácido sulfúrico concentrado a un frasco volumétrico y hacer hasta 1 litro con agua destilada. La solución resultante es aproximadamente 0,36 N. Para hacer una solución N/50: de la solución de reserva transferir 55,36 ml a un frasco volumétrico con una bureta y completar a 1 litro.

Procedimiento

1. Transferir 100 ml de la muestra de agua a un erlenmeyer.
2. Agregar 4 gotas del indicador de Fenoltaleína.
3. Si la muestra permanece clara, registrar como alcalinidad 0,0 de fenoltaleína y proceder con el paso 5.
4. Si la muestra se vuelve rosada, titular con H₂SO₄ N/50, con una bureta, hasta el momento preciso que el color rosa desaparece. La titulación debe hacerse contra un fondo blanco a los efectos de una mejor percepción del color. Registrar la cantidad de ácido utilizada como P.
5. A la misma muestra agregar 4 gotas de indicador

de anaranjado de metilo.

6. Si la muestra se vuelve naranja (o color salmón), registrar como alcalinidad de anaranjado de metilo 0,0.
7. Si la muestra se vuelve amarilla, titular con H₂SO₄ N/50, hasta que se vuelva ligeramente anaranjada. Registrar la cantidad utilizada como M.

Cálculos

1. Símbolos y términos

P = Número de ml de H₂SO₄ N/50, utilizado en la titulación con Fenoltaleína.

M = Número de ml de H₂SO₄ N/50, utilizado en la titulación con anaranjado de metilo.

T = Suma de P y M (número total de ml de H₂SO₄ N/50, utilizados en la titulación total).

En el cálculo que se sigue se usa solamente P y T. De estos, uno puede determinar y expresar en ppm de carbonatos de calcio, ya sea:

Alcalinidad a la fenoltaleína = $P \times 10$

Alcalinidad al anaranjado de metilo = $M \times 10$ (también conocida como alcalinidad total).

2. Conversiones e interpretación de relaciones de alcalinidad

a) Conversión a SBV (Saurebindungsvermögen)

Conocida indistintamente como poder de combinación de ácidos, reservas alcalinas, etc., se expresa sencillamente como el número total de ml de HCl N/10 o H₂SO₄, requerido para titular 100 ml de una muestra de agua utilizando anaranjado de metilo como indicador.

Para convertir el total o la Alcalinidad del anaranjado de metilo (expresada en ppm de CO₃Ca) multiplicar por 50.

DETERMINACIÓN DEL pH

El pH es el logaritmo de la recíproca de la concentración del ión hidrógeno o más precisamente, de la actividad del ión hidrógeno, en moles por litro. La escala práctica del pH comprende del cero (0), muy ácido, al 14 muy alcalino, con el valor medio de pH 7 que corresponde a la neutralidad exacta a 25 °C.

MÉTODO ELECTROMÉTRICO

Equipo

- Potenciómetro.

Materiales y Accesorios

- Vaso de 200 ml.
- Vaso de 100 ml.
- Termómetro de 0 a 100 oC.
- Papel "tisu".

Reactivos

- Agua destilada.
- Soluciones buffer pH=4, pH=7, pH=10 .

Procedimiento

Calibrar y estandarizar el potenciómetro con las soluciones buffer. Medir la temperatura de la muestra. Determinar el pH.

Medición del pH : Operación.

1. Poner el interruptor en operación a standby; lavar los electrodos con agua destilada y secar con el papel tisu.
2. Medir la temperatura de la muestra y ajustar el dial de la temperatura. Colocar los electrodos en la solución de la muestra problema.
3. Poner el interruptor de operación a Read, el instrumento indicará el pH de la muestra problema.

(Por las diferencias entre las distintas marcas y modelos comerciales de medidores de pH, se debe seguir en cada caso las instrucciones de los fabricantes).

DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO)

Es la cantidad de oxígeno en mg/l (ppm) necesarios para descomponer la materia orgánica presente en el agua por acción bioquímica aerobia.

Materiales y Reactivos

Los mismos utilizados en la determinación del oxígeno disuelto

Procedimiento y Cálculos

- Determinar el contenido de oxígeno de la muestra problema y luego de 05 días, de otra muestra semejante, pero conservada durante este tiempo en un frasco cerrado fuera del contacto del aire y a 20°C.

La diferencia entre los 02 contenidos representa el DBO.

$$OD1 - OD5 = DBO$$

- Las aguas muy poluadas, que necesitan en los 5 días cantidades de oxígeno mucho mayores a las presentes en la muestra, necesitan, para que la determinación pueda realizarse, añadir a una

segunda muestra una cantidad de agua destilada saturada de oxígeno, a fin de que quede en la muestra algo de oxígeno después de los 05 días.

El cálculo se efectúa como sigue:

$$OD\ 1 - OD\ 5 = DBO$$

donde:

OD 1 = Es el oxígeno disuelto en la muestra diluída después de la pre-aereación.

OD 5 = Es el oxígeno disuelto en la muestra diluída después de los 05 días de incubación.

DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO)

La Demanda Química de oxígeno, es la cantidad de oxígeno consumido por las materias existentes en el agua y oxidables en condiciones operatorias definidas.

Método

Determinación del oxígeno consumido con permanganato de potasio.

Materiales y Equipo

- Beakers de 200 o 300 ml.
- Bureta de 25 ml.
- Pipetas de 5 y 10 ml.
- Cocinilla.

Reactivos

- Sal de Mohr. Disolver 20 g. de Sulfato ferroso en 10 cc. de ácido sulfúrico puro y añadir agua destilada en cantidad suficiente para completar a 01 litro.
- Acido sulfúrico puro.
- Permanganato de Potasio N/80.

Procedimiento

- Filtrar la muestra para evitar el ingreso de materia orgánica no disuelta. Tomar 100 ml de este filtrado en un beaker.
- Añadir a la muestra 5 ml de ácido sulfúrico al 50 % y 10 ml de Permanganato de Potasio N/80.
- Hervir por 10 minutos. Se considera solamente el período de ebullición y no el calentamiento previo.
- Enfriar hasta temperatura ambiente y agregar 5 ml de ácido sulfúrico químicamente puro, más 5 ml de sal de Mohr.
- Titular con Permanganato de Potasio N/80 hasta obtener una coloración rosa persistente. Anotar el gasto previamente.

- Efectuar el procedimiento mencionado con la muestra en blanco, de agua destilada.

Cálculos

n : cc.de gasto en la muestra problema.

n' : cc.de gasto en "blanco" con agua destilada.

Gasto Real = n - n'

$$O_2\ ppm = \frac{\text{Gasto real} \times 0.0125 \times 8000}{\text{Volumen de Muestra}}$$

DETERMINACION DE DUREZA

MÉTODO COMPLEXOMÉTRICO

Se llama dureza a la suma de iones alcalinotérreos como Ca^{+2} , Mg^{+2} fijados en forma de carbonatos, sulfatos, cloruros, nitratos, fosfatos, etc. Para cuya cuantificación se emplea el etilendiamino tetracético, agente quelatizante que forma complejos hidrosolubles con los iones Ca y Mg.

Reactivos

1. Solución amortiguadora. pH = 10

Pesar 67.5 g de $CINH_4$ + 570 ml de NH_4OH concentrado y diluir a 1000 ml con agua destilada.

2. Solución de EDTA 0.01 N: Pesar 1.8612 g de EDTA, agregar 0.05 g de $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ y diluir con agua destilada hasta 1000 ml.

3. Indicador Negro de Eriocromo T. Pesar NET 0.5 g y mezclarlo intimamente con 100 g de NaCl.

Material

-Fiolas, vasos, matraces, bureta.

Procedimiento

Tomar 25 ml de muestra, agregar 02 ml de solución amortiguadora pH=10, luego agregar 50 ug de NET y aparecerá una coloración rojo vino, luego titular con EDTA hasta que aparezca un color azul.

Cálculos

$$\text{Dureza Total mg/l} = \frac{\text{Gasto} \times N \times Fc \times 50 \times 1000}{\text{ml de muestra}}$$

Donde :

N : Normalidad de la solución de EDTA.

fc : Factor de corrección de la solución de EDTA.

DETERMINACIÓN DE CALCIO EN EL AGUA

Reactivos

1. Solución de Hidróxido de Sodio 1,0 N: pesar

aproximadamente 40 g de NaOH puro y diluir en agua destilada hasta completar 1,0 litro.

- Indicador de Calcio: mezclar 0,2 g de Murexida (también llamado Purpurato de Amonio) con 100 g de Cloruro de Sodio. Mezclar bien para uniformizar el compuesto.
- Solución de E.D.T.A.: disolver 4,0 g de Disodium Dihydrogen ethilenediamine tetracetate (EDTA) y 0,1 g de Cloruro de Magnesio ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), en 750 ml de agua destilada. Completar a 1,0 litro en una fiola.
- Patrón de Cloruro de Calcio: disolver 1,0 g de CO_3Ca puro en 10 ml de HCl 1:10 y diluir con agua destilada hasta completar 1,0 litro. 1 ml = 1 mg de $CaCO_3$.

Procedimiento

- Medir 50 ml de agua a ser analizada y colocarla en un frasco erlenmeyer.
- Adicionar 2 ml de solución de NaOH 1 N. Agitar.
- Adicionar 0,2 g de indicador de Calcio y agitar.
- Si el Calcio está presente, un color rosado se desarrollará.
- Titular la muestra con una solución EDTA, agitando constantemente, hasta que el color rosado vire a violeta.

Cálculo de los resultados

Multiplicar los ml de EDTA gastados en la titulación por 20 = Ca (ppm de $CaCO_3$).

ml EDTA gastados x 20 = Ca (ppm de $CaCO_3$).

DETERMINACIÓN DE COMPUESTOS DE NITRÓGENO

-Determinación de Nitratos.

-Determinación de Amonio.

DETERMINACIÓN DE NITRATOS EN NITRÓGENO

Hay muchas formas de nitrógeno, pero los nitratos son los más importantes. Las investigaciones que se vienen realizando, vienen demostrando que la producción máxima de fitoplancton es acompañada por una disminución rápida de los nitratos, en las muestras donde es verificada tal producción.

Método

Método del Ácido Fenoldisulfónico

Al adicionar 2 ml de Ácido Fenoldisulfónico a 100 cc de muestra, en presencia de NH_4OH (1:1), se produce una coloración amarilla, cuya intensidad

depende de la concentración de los nitratos, si se detecta cloruro en la muestra a ser analizada y tiene un valor superior a 30 ppm, se deberá tratar la muestra con algunas gotas de solución de Sulfato de Plata (5%) para lograr el precipitado de los cloruros. Filtrar luego la muestra y proceder al análisis.

Reactivos

- Solución de Ácido Fenoldisulfónico: disolver 25 g de Fenol puro en 150 ml de ácido sulfúrico concentrado, adicionar 75 ml de ácido sulfúrico fumante (13-15% de SO_3) y calentar por 2 horas. Guardar en frasco oscuro.
- Solución patrón de Nitrato: disolver 0,607 g de nitrato de sodio puro en un litro de agua destilada exenta de nitratos. Evaporar 50 ml de esta solución en un disco de porcelana. Cuando esté fría, tratar con 2 ml de ácido fenoldisulfónico. Mezclar bien con una bagueta o asta de vidrio para garantizar una información perfecta de la mezcla. Diluir en agua destilada hasta completar 500 ml. Un (1,0) ml de esta solución es equivalente a 0,01 mg de nitrógeno como nitrato (esta solución no se altera).
- Solución de Hidróxido de Amonio: diluir 500 ml de NH_4OH en agua destilada hasta completar un litro.

PREPARACIÓN DE LOS PATRONES

NITRATO PATRÓN	DILUCIÓN ml	EQUIVALENTE EN ppm
0,5	100	0,05
1,0	100	0,10
2,0	100	0,20
5,0	100	0,50
10,0	100	1,00

Para hacer esta batería, colocar en tubos Nessler o Erlenmeyer, la cantidad de nitrato patrón descrita y adicionar NH_4OH hasta completar 100 ml. Se desarrollará una coloración amarilla y su intensidad será mayor donde la concentración de nitrato es mayor (NO_3).

DETERMINACIÓN DE NITRATOS EN LA MUESTRA

- Filtrar 100 ml de la muestra de agua y colocar en una placa de porcelana.
- Calentar hasta evaporar.
- Cuando se enfríe adicionar 2 ml de la solución de ácido fenoldisulfónico. Mezclar con bagueta o asta de vidrio.

4. Diluir con agua destilada hasta completar 10 ml.
5. Adicionar NH₄OH (Hidróxido de Amonio) 1:1 , hasta que el máximo color se desarrolle. Tranferir a un tubo Nessler de 100 ml y adicionar agua destilada hasta completar los 100 ml.
6. Comparar la muestra con los colores patrones y estimar la cantidad de nitratos en nitrógeno.

DETERMINACIÓN DE AMONIO

Material

- Probeta de 50 ml.
- Frasco Erlenmeyer.
- Pipeta de 1 ml.
- Tubos de Nessler.

Reactivos

1. Solución Patrón de Cloruro de Amonio (5 ppm de N):
 - Pesar exactamente 1,905 g de Cloruro de Amonio puro (NH₄Cl), diluir con agua destilada y completar a un litro.
 - Tomar 10 ml de la solución descrita y completar a 1,0 litro con agua destilada. Esta dilución contiene 5 ppm de N en amonio.
2. Reactivo de Nessler:
 - Disolver 100 g de HgI₂ y 70 g de KI, en 200 ml de agua destilada.
 - Disolver 160 g de NaOH en 500 ml de agua destilada. Dejar enfriar.
 - Adicionar lentamente la solución de HgI₂ + KI en la solución de NaOH.
 - Completar a un litro con agua destilada.
 - Guardar en frasco oscuro.

Determinación

1. Tomar 50 ml de la muestra y colocar en un frasco Erlenmeyer.
2. Adicionar 2 ml del reactivo de Nessler. Dejar en reposo por 10 minutos hasta que se desarrolle totalmente el color. Llevar la muestra a un colorímetro y hacer la lectura.

La determinación cuantitativa de amonio puede ser hecha con una batería de colores preparados de la siguiente manera:

VALORES DE PPM EN N	DILUCIONES DE SOL.PATRÓN DE CLNH ₄ QUE CONTIENE 5PPM, HASTA COMPLETAR 50 ML CON AGUA DESTILADA.
0,10	1,0
0,25	2,5
0,50	5,0
0,75	7,5
1,00	10,0

Para cada tubo de Nessler patrón, adicionar 2 ml del reactivo de Nessler. Dejar en reposo por 10 minutos para que se desarrolle completamente el color. Las muestras analizadas entonces se pueden comparar con la batería de colores y estimar de esta manera la concentración de amonio en N.

DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN EL AGUA

METODO DE MOHR

Reactivos

1. Solución de Nitrato de Plata 0,0141 N : pesar 2,4 g de AgNO₃ y diluir en agua destilada hasta completar un litro. Guardar en frasco oscuro.
2. Solución indicadora de Cromato de Potasio al 5%: pesar 5 g de K₂CrO₄ y diluir en agua destilada hasta completar 100 ml.

Procedimiento

1. Tomar 10 ml de la muestra a ser analizada y completar a 50 ml con agua destilada y colocar en un frasco erlenmeyer.
2. Agregar 1 ml de la Solución Indicadora de Cromato de Potasio.
3. Titular con la solución de AgNO₃ hasta que el color amarillo vire a rojo ladrillo.

Cálculo de concentración de Cloruro en ppm.

$$Cl = \frac{1000 (N-0,2)}{2 A}$$

N = Gasto de AgNO₃.

A = Cantidad de muestra de agua analizada.

DETERMINACIÓN DE SODIO Y POTASIO

Principio

El sodio y el potasio son medidos *Flama-fotométricamente* contra series standard de un elemento solo, soluciones acuosas, usando una llama

de aire propano como fuente de energía para excitar a los átomos.

Equipos

- Fotómetro de llama.

Reactivos

1. Solución patrón de Potasio de 100 ppm: Disolver 0.1907 g de KCl secado a 105 oC en un frasco volumétrico de 1000 ml y completarlo a la marca con agua.
2. Solución patrón de Sodio de 100 ppm : disolver 0.2541 g de NaCl secado a 105 oC en un frasco volumétrico de 1000 ml y completarlo a la marca con agua.

Material de muestra

- Una alícuota de agua.

Procedimiento

1. Preparar separadamente (para sodio y potasio) series standard de :
0, 10, 20, 40, 60, 80, 100 ppm pipeteando (para cada caso) 0, 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10 ml., de la solución standard de 100 ppm dentro de tubos de prueba y, llevar a 10 ml con agua destilada.
Muestras : medir directamente.
2. Calibrar el Fotómetro de llama, medir las series standard y muestras de acuerdo a las instrucciones para el uso del instrumento.
3. En caso de que los extractos sean demasiado concentrados, diluir en tubos de prueba y repetir la medición.
4. Anotar en las hojas de trabajo las diluciones realizadas.
5. Chequear el instrumento para el impulso entre las lecturas sucesivas de un grupo de determinaciones y también al final de una serie con uno de los standards, usualmente el standard de 100 ppm.

Cálculos

- Construir la curva calibradora, ploteando en un papel de gráfico, las lecturas contra la concentración de series standard.
- Determinar la cantidad de sodio y de potasio de las muestras por medio de sus lecturas y corregir el blanco.

ORTOFOSFATOS

Son compuestos del fósforo que pueden

hallarse en variadas formas, ya sea en solución como materia orgánica, como partículas de materia o en solución como iones inorgánicos (ortofosfatos), siendo éstos últimos los más valiosos como nutrientes para el crecimiento de las plantas y animales.

Fundamento

Este método consiste en hacer reaccionar la muestra de agua con un reactivo que contiene ácido molibdico, ácido ascórbico y un antimonio trivalente. El complejo resultante, ácido heteropolar, es reducido para dar una coloración azul, que es proporcional a la concentración de fosfato de la muestra.

Materiales

- Vasos de 100 ml.
- Erlenmeyers de 100 y 50 ml.
- Fiolas de 50 ml.
- Pipetas de 5 y 10 ml.

Reactivos

1. Solución de Molibdato de Amonio : disolver 15 g de Heptamolibdato de Amonio en 500 ml de agua destilada. Almacenar en botellas de plástico fuera del alcance de la luz. La solución es indefinidamente estable.
2. Solución de H₂SO₄ : adicionar 140 ml de H₂SO₄ concentrado (d=1.82 g/cm) a 900 ml de agua destilada. Enfriar la solución y almacenar en botella de vidrio.
3. Solución de ácido ascórbico : disolver 27 g de ácido ascórbico en 500 ml de agua destilada. La solución no debe guardarse muchos días.
4. Solución de Tartrato de Antimonio y Potasio : disolver 0.34 g de Tartrato de antimonio en 250 ml de agua destilada , calentar si es necesario. Guardar en un frasco de vidrio o plástico. La solución es estable por muchos meses.
5. Mezcla de reactivos :

		NUMERO DE MUESTRAS			
		30	50	80	100
R E A C T I V O S	Molib.Amonio	30ml	50ml	80ml	100ml
	Sol.H ₂ SO ₄	75ml	125ml	200ml	250ml
	Ac.Ascórbico	30ml	50ml	80ml	100ml
		1.62g	2.70g	4.32g	5.40g
	Tartrat.Antim	15ml	25ml	40ml	50ml

Procedimiento

1. Para 50 ml de muestra adicionar 5 +/- 0.25 ml de la mezcla de reactivos. Mezclar.
2. Después de 5 minutos y de preferencia dentro de 2 a 3 horas medir la extinción de la solución en una celda de 5 cm frente a agua destilada, en una longitud de onda de 720 nm.
3. Corregir la extinción medida restándole del blanco. El blanco es una muestra de 50 ml de agua destilada, tratada en la misma forma que las otras.
4. La concentración de fosfato es leída del gráfico obtenido de las series standard.

Las series Standard:

Solución Stock de Fosfato : pesar 4.393g de Potasio hidrógeno fosfato previamente secado en un desecador y disolverlo en agua destilada en un fiola de 1.0 litro, luego adicionar 1.0 ml de H₂SO₄ concentrado y enrazar hasta la marca con agua destilada.

La solución contiene 1 mg-P/ml.

De la solución stock de fosfato preparar una solución de trabajo de 1 ug-P/ml.

La solución de trabajo es diluida con agua destilada como indica la siguiente tabla:

ml de Solución de trabajo para diluirse a 50ml	0	10	20	50
Correspondiente a ug-P/l	0	20	40	100

La serie standard es tratada en la misma forma como las muestras. Después de 5 minutos, la extinción es medida en 720 nm. Las extinciones obtenidas de la serie standard son graficadas en un sistema lineal de coordenadas (papel milimetrado) vs. la concentración, deberá obtenerse una línea recta en el gráfico.

Expresión de los resultados

En las mismas condiciones de utilización, la curva da directamente el contenido en fósforo, expresado en microgramos por litro.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION-APHA-(1981). **Standart Methods for the examination of water and waste water**. 16 ed. Washington.
- AQUINO PORTAL, ROSA (1989). **Métodos para análisis de aguas suelos y residuos sólidos**. 1era. edición. CONCYTEC.
- CHAPMAN H. PARKER F. PRATT (1988). **Métodos de Análisis para suelos, plantas y aguas**. 6ta. edición. Editorial Trillas S.A. Mexico.
- LAEVASTU, T.(1971). **Manual de Métodos de Biología Pesquera**. Editorial Acribia. Zaragoza. España.
- SCHWOERBEL, J.(1970). **Methods of Hydrobiology Freshwater Biology**. Pergamen Press.
- MERK (1985). **Análisis del Agua**. Edición en Español.
- RODIER J. **Análisis de Agua**. 1ra Ed. Ediciones Omega. Barcelona. España.
- PERSONAL DEL LABORATORIO DE SALINIDAD DE LOS SUELOS DE EEUU DE AMERICA.(1980). **Suelos Salinos y Sódicos**. Editorial Limusa. Mexico.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA «UNA» (1982). **Manual de Análisis de Suelos, Tejido vegetal, Aguas y Fertilizantes**. Lima. Perú.
- WETZEL G. ROBERT (1981). **Limnología**. Ediciones Omega S.A. Barcelona. España.