



MX070064



ININ

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS

PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.

No.: P.AQ-005 REV.: 1 FECHA DE EMISION: NOVIEMBRE/94 HOJA: 1 DE: 13

INDICE	PAGINA
1. OBJETIVO Y ALCANCE	2
1.1. Objetivo	2
1.2. Alcance	2
2. NOTACIONES Y DEFINICIONES	2
2.1. Notaciones	2
2.2. Definiciones	2
3. DESARROLLO	2
3.1. Equipo e Instrumentos	2
3.2. Materiales	3
3.3. Reactivos	3
3.4. Preparación de Soluciones.	3
3.5. Condiciones Ambientales	3
3.6. Condiciones para la Recepción y Manipulación de Muestras.	3
3.7. Calibración	4
3.8. Análisis de la Muestra	5
4. RESULTADOS	5
4.1. Fórmulas para el Cálculo de Resultados	5
4.2. Observaciones	6
4.3. Indices de Reproducibilidad y Repetibilidad	6
5. RESPONSABILIDADES	6
5.1. Jefe del Departamento de Análisis Químicos	6
5.2. Jefe de Sección	7
5.3. Personal Analista	7
6. REFERENCIAS	7
7. ANEXOS	8

GARANTIA DE CALIDAD	
DOCUMENTO VERIFICADO Y	
LIBERADO POR:	V.GC-290
CLAVE 2072	FECHA:
FIRMA <i>[Signature]</i>	6/XI/94

PREPARADA POR: I.Q. ELIAS ACOSTA LEON

FECHA: MAYO 25, 1994

REVISADA POR: I.Q. LAURA MERLO SOSA

FECHA: NOV. 1994

APROBADA POR: QUIM. FRANCISCO ABASCAL G.

FECHA: NOV. 1994

# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUOS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 2 DE: 13

## 1. OBJETIVO Y ALCANCE

### 1.1. Objetivo

Se describe un método para la determinación del ión-Fluoruro en agua, agua desmineralizada, aguas crudas, aguas de lavado y aguas tratadas con resinas de intercambio iónico, utilizando la técnica y el colorante SPADNS indicado en el manual de operación del equipo HACH.

### 1.2. Alcance

Este método cubre la determinación del ión Fluoruro en el rango de 0 a 2 mg/l sobre 25 ml de muestra base. Estos límites pueden ser variables si se cambia el tamaño de la alícuota usada para la determinación final del ión Fluoruro.

## 2. NOTACIONES Y DEFINICIONES

### 2.1. Notaciones

- |        |                |  |
|--------|----------------|--|
| 2.1.1  | SPADNS         | Sodio 2-(Parasulfofenilazo)-1,8-dihidroxi-3, 6-naftalen disulfonato. |
| 2.1.2. | HACH           | Nombre de una Empresa que vende equipos de laboratorio.              |
| 2.1.3. | F <sup>-</sup> | Ión fluoruro   |

### 2.2 Definiciones

- |        |     |  |
|--------|-----|--|
| 2.2.1. | Ión | Atomo o radical que ha perdido o ganado uno o más electrones, adquiriendo así una carga eléctrica. |
|--------|-----|--|

## 3. DESARROLLO

### 3.1. Equipo e Instrumentos

Equipo HACH, mod. DREL/5 con Espectrofotómetro DR/3.



# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 3 DE: 13

## 3.2. Materiales

- 3.2.1. Celdas para Espectrofotómetro de 25 ml
- 3.2.2. Material usual de Laboratorio
- 3.2.3. Tapones para celdas
- 3.2.4. Tarjeta de escala de medición para Fluoruros (No. de catálogo 41728-00) para método SPADNS.



## 3.3. Reactivos

- 3.3.1. Solución patrón de fluoruros de 1 mg/l, (No. de catálogo 291-31).
- 3.3.2. Reactivo SPADNS para F<sup>-</sup>, (No. de catálogo 444-14).

## 3.4. Preparación de Soluciones

Los reactivos mencionados en el punto 3.3. ya se encuentran preparados, listos para usarse.

Son reactivos de patente y son vendidos por la Compañía HACH.

## 3.5. Condiciones Ambientales

Las condiciones ambientales del laboratorio analítico donde se realice esta determinación, deberán cubrir los siguientes puntos.

- 3.5.1. La temperatura ambiente deberá estar dentro del intervalo de 10 a 30 grados centígrados.
- 3.5.2. La atmósfera ambiente deberá estar libre de polvos y emanaciones de gases y vapores, así como de ruidos y vibraciones indeseables.

## 3.6. Condiciones para la Recepción y Manipulación de Muestras.

- 3.6.1. Las muestras deberán recibirse debidamente tomadas y convenientemente envasadas de acuerdo al Instructivo de compromisos y responsabilidades del usuario, I.AQ-005 revisión vigente.
- 3.6.2. En caso de tener dudas al respecto, deberá consultar con el personal capacitado del laboratorio.

# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 4 DE: 13

3.6.3. El personal capacitado del laboratorio para recibir las muestras es; el jefe del departamento, jefe de sección y la persona nombrada especialmente para ello.

3.6.4. Este documento describe un método analítico para el análisis de fluoruros en aguas, por tanto el personal encargado de la manipulación de muestras deberá observar las indicaciones de seguridad pertinentes mencionadas en los Reglamentos de Seguridad Industrial y Seguridad Radiológica, según sea el caso.

## 3.7. Calibración

3.7.1. Medir con toda exactitud 25 ml de la solución patrón de fluoruros de 1 mg F<sup>-</sup>/L y colocar en una celda de 25 ml.

3.7.2. Medir exactamente 5 ml del reactivo SPADNS con ayuda de una pipeta volumétrica de 5 ml y agregar en la celda donde se encuentra la solución patrón de fluoruros. Tapar y agitar inmediatamente.

3.7.3. Permitir que el color se desarrolle totalmente por un tiempo de 60 segundos.

3.7.4. Colocar la celda en el portaceldas del Espectrofotómetro y cerrar la tapa. Insertar la tarjeta de escala de medición para fluoruros (No. cat. 41728-00) dentro de la carátula.

3.7.5. Ajustar la longitud de onda con ayuda del disco selector a 580 nm.

3.7.6. Colocar el "Mode Switch" en la posición "Left Set" y comprobar el ajuste de la izquierda. Si es necesario, ajustar con el control de "Left Set" para alinear la aguja del medidor con la marca de la extrema izquierda sobre el arco de la escala medidora.

3.7.7. Colocar el "Mode Switch" en "Norm" y ajustar el control "Right Set" para obtener una lectura igual a la concentración de la solución patrón de fluoruros es decir: la lectura deberá ser igual a 1 mg F<sup>-</sup>/L.



# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 5 DE: 13

3.7.8. Realizadas estas operaciones, el equipo se encuentra calibrado para efectuar las mediciones de las muestras.

NOTA: Si se considera necesario, hacer una gráfica de calibración como la que se muestra en el anexo No. 1.

## 3.8. Análisis de la Muestra.

3.8.1. Medir exactamente 25 ml de la muestra y colocar en una celda de 25 ml.

3.8.2. Medir con pipeta volumétrica 5 ml del reactivo SPADNS y colocar en la celda anterior.

3.8.3. Tapar la celda y agitar. Dejar que el color se desarrolle por espacio de un minuto.

3.8.4. Colocar en el portaceldas del equipo y cerrar la tapa.

3.8.5. Anotar la lectura que se observa en la carátula.

Esta lectura es directa y está ya dada en  $\text{mgF}^-/\text{L}$ .

NOTA; Correr un blanco de reactivos a través de todo el proceso.

## 4. RESULTADOS

4.1. Fórmula para el cálculo de resultados.

4.1.1. Corregir todas las lecturas obtenidas, restando el valor obtenido del blanco de reactivos del valor obtenido en patrones y muestras.

4.1.2. En la tarjeta de escala de medición para fluoruros (No. de catálogo 41728) por el método de SPADNS, la lectura se lee directamente, y ésta ya se encuentra dada en  $\text{MgF}^-/\text{L}$ .



# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 6 DE: 13

Ejemplo: Se efectuó la medición en un blanco de reactivos y en 3 patrones de 0.5, 1.0 y 2.0 mgF<sup>-</sup>/L. Los datos obtenidos corresponden a la gráfica del anexo No. 1, y son los siguientes.

No.	(mgF <sup>-</sup> /L)	(mgF <sup>-</sup> /L encontrados)	Lec. - Bco.
1	Blanco de Reactivos	0.05	0
2	0.5	0.5	0.45
3	1.0	1.0	0.95
4	2.0	2.0	1.95



#### 4.2. Observaciones

4.2.1 Se harán las observaciones pertinentes al informar de los valores finales obtenidos, en cada uno de los casos particulares en que se presenten situaciones que requieran una acción de tal naturaleza. Los resultados analíticos obtenidos, serán informados al usuario en la forma del anexo No. 4.

#### 4.3. Índices de Reproducibilidad y Repetibilidad

4.3.1. Los valores obtenidos al hacer una serie mínima de tres determinaciones similares, se anotarán en el libro de control correspondiente, libro de registros (anexo No. 2) y se conservarán en el libro de registros del laboratorio (anexo No. 3).

4.3.2. Los valores estadísticos obtenidos en la aplicación del método, se conservarán en el libro de registros correspondientes (anexo No. 5).

#### 5. RESPONSABILIDADES

5.1. Jefe del Departamento de Análisis Químicos.

5.1.1. Vigilar que los análisis se efectúen dentro de los lineamientos establecidos en el presente procedimiento proporcionando para ello los medios necesarios en las condiciones requeridas.

# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 7 DE: 13

5.1.2. Vigilar que se cumplan los requisitos para la aceptación de la solicitud correspondiente.

## 5.2. Jefe de Sección

5.2.1. Designar al personal que realizará el análisis

5.2.2. Vigilar el cumplimiento del procedimiento.

5.2.3. Asesorar al analista en caso de duda.

5.2.4. Revisar y aprobar los cálculos efectuados.

## 5.3. Personal Analista

5.3.1. Cumplir satisfactoriamente cada una de las operaciones anotadas en el presente procedimiento.

5.3.2. Ejecutar los cálculos inherentes al desarrollo del método, solicitando asesoría en caso de requerirla.

5.3.3. Presentar los cálculos efectuados para su revisión y aprobación en las formas respectivas.

## 6. REFERENCIAS

6.1. Standard Test Methods for Fluoride ion in Water ASTM. Designation D1179-80.

6.2. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 15th Edition, 1980.

6.3. Water Analysis Handbook. Edition 1985 HACH Company.

6.4. Diccionario de Química y de Productos Químicos. Ges-sner G. Hawley. Ed. Omega 1985.



# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 8 DE: 13

## 7. ANEXOS

- 7.1. Anexo 1 Gráfica con rango de 0-2 mgF<sup>-</sup>/L
- 7.2. Anexo 2 Hoja de control, libro de registro del analista.
- 7.3. Anexo 3 Hoja de Control, libro de registro del laboratorio.
- 7.4. Anexo 4 Informe de resultados analíticos.
- 7.5. Anexo 5 Hoja de control de los valores estadísticos.

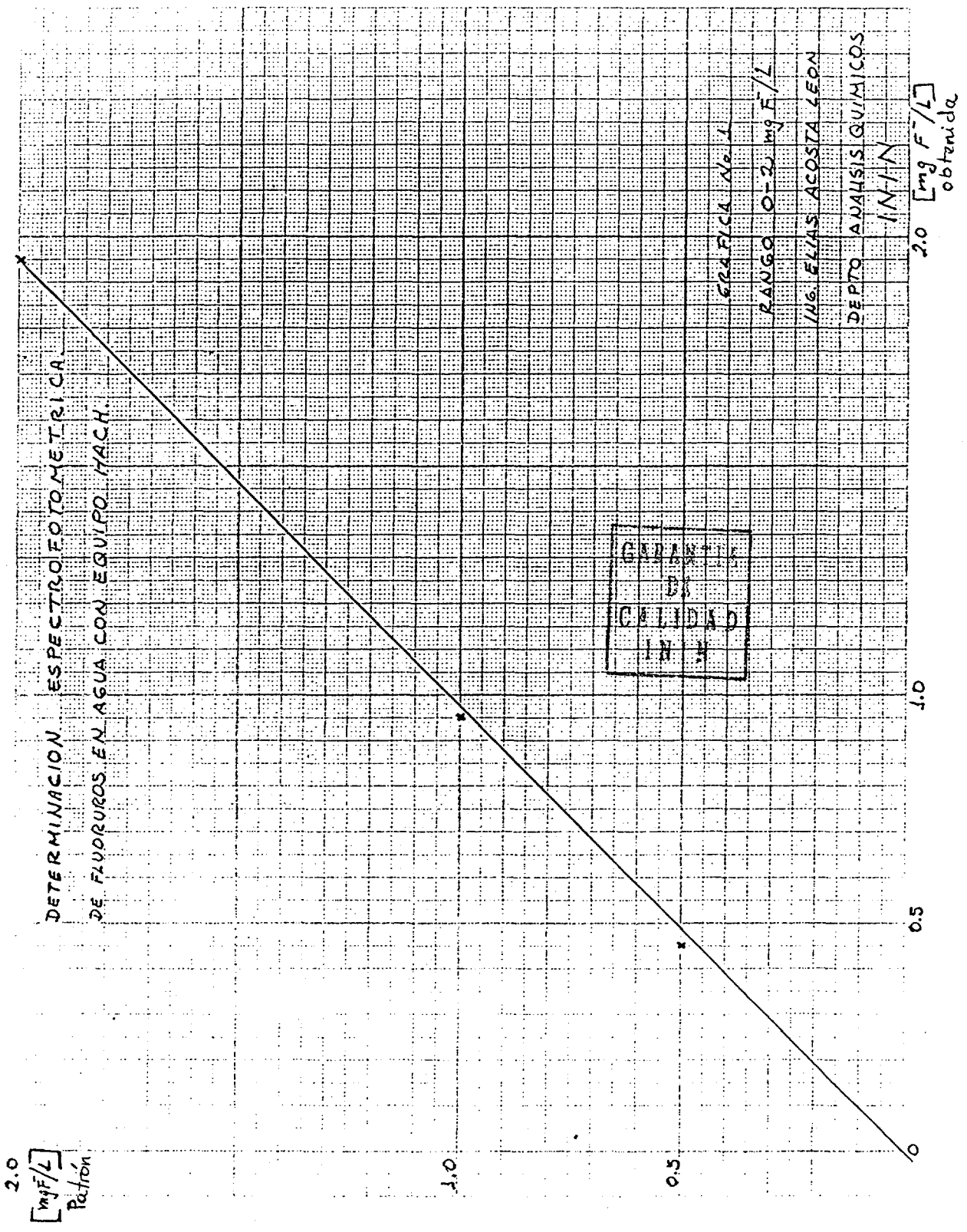




# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

<b>AREA:</b> DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	<b>No.:</b> P.AQ-005	<b>REV.:</b> 1
<b>PROCEDIMIENTO:</b> DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	<b>FECHA DE EMISION:</b> NOV/94	<b>PAG.:</b> 9 <b>DE:</b> 13

ANEXO No. 1



AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	FECHA DE EMISION: NOV./94	PAG.: 10 DE: 13

ANEXO No. 2

HOJA DE CONTROL  
LIBRO DE REGISTRO DEL ANALISTA.



MUESTRA No. \_\_\_\_\_

FECHA DE ANALISIS: \_\_\_\_\_

REMITE: \_\_\_\_\_

SERVICIO: \_\_\_\_\_

PROCEDENCIA: \_\_\_\_\_

MARCAS DE ORIGEN: \_\_\_\_\_

PESO O VOLUMEN: \_\_\_\_\_

DETERMINAR: \_\_\_\_\_

ASPECTO FISICO: \_\_\_\_\_

OBSERVACIONES: \_\_\_\_\_

ANALISTA: \_\_\_\_\_

METODO O TECNICA EMPLEADA: \_\_\_\_\_

RESULTADO: \_\_\_\_\_

CALCULOS: \_\_\_\_\_

# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH.	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 11 DE: 13

ANEXO No. 3

HOJA DE CONTROL

LIBRO DE REGISTRO DEL LABORATORIO

No. de Registro: \_\_\_\_\_

Fecha de Recibo: \_\_\_\_\_

Remite: \_\_\_\_\_

Procedencia: \_\_\_\_\_

Identificación: \_\_\_\_\_

Cantidad: \_\_\_\_\_

Determinación: \_\_\_\_\_

Tipo de Producto: \_\_\_\_\_

Observaciones: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_





# INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES

AREA: DEPARTAMENTO DE ANALISIS QUIMICOS	No.: P.AQ-005	REV.: 1
PROCEDIMIENTO: DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE FLUORUROS EN AGUAS CON EQUIPO HACH	FECHA DE EMISION: NOV/94	PAG.: 13 DE: 13

## ANEXO # 5

### HOJA DE CONTROL DE LOS VALORES ESTADISTICOS

NOMBRE DEL METODO: \_\_\_\_\_

EQUIPO UTILIZADO: \_\_\_\_\_

PATRON UTILIZADO: \_\_\_\_\_

ELEMENTO: \_\_\_\_\_

No.
1
2
3
4
5
6
7
8
9
10

n =

$\bar{x}$  =

S =

$$D.S.R. = \frac{S}{\bar{x}} \times 100 =$$



OBSERVACIONES:

---



---



---



---