	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	1 de 10

1. OBJETIVO

Determinar cuantitativamente la concentración de hierro total en muestras de agua, bajo la metodología Standar Methods SM 3500-Fe D. Método fenantrolina

2. ALCANCE

El método es aplicable para la determinación de hierro total en aguas para consumo humano, natural superficial, natural subterránea y aguas para uso recreativo/estructuras similares, en el LDSP Santander.

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad de:

- **Coordinador LDSP:** Aprobar el presente documento, supervisar el estricto cumplimiento de lo establecido en el mismo y avalar los resultados que de éste se generen.
- **Profesional Analista del Laboratorio:** Encargado del análisis fisicoquímico del agua del Laboratorio Departamental de Salud Pública: aplicar la técnica descrita en el presente manual con estándares de calidad, oportunidad y avalar los resultados que se generen del mismo.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS


Coloides: son mezclas no homogéneas compuestas por una fase dispersa, que casi siempre es un sólido con partículas muy pequeñas, y una fase dispersante o continua, que por lo general es líquida o gaseosa.

Digestión: consiste en una hidrólisis, se introduce una molécula de agua para romper enlaces en las grandes moléculas por acción de enzimas específicas.

Espectroscopia: Es la rama de la ciencia dedicada al estudio de la interacción de la radiación electromagnética con la materia. La espectroscopia es la más poderosa herramienta para el estudio de la estructura atómica y molecular, por tal razón es una de las técnicas de análisis más usadas gracias a su amplio rango de aplicaciones y a la variedad de muestras que pueden someterse a evaluación.

Ley de Beer: es una relación empírica que relaciona la absorción de luz con las propiedades del material atravesado.

Solución tampón: es aquella que mantiene un pH casi constante cuando se le añaden pequeñas cantidades de ácido o de base. Las disoluciones tampón se preparan disolviendo

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	2 de 10

un ácido débil y una sal que contenga a su base conjugada o bien disolviendo una base débil y una sal del ácido conjugado.

meq/mL (N): miliequivalentes por mililitro de solución o Normalidad

mg Fe/ L: miligramos de Hierro por Litro

5. CONDICIONES GENERALES

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (bata, guantes, pantalón largo, gafas protectoras, zapatos cerrados), Formato de verificación de uso de elementos de protección: MI-GS-RG-378 y verificar las condiciones ambientales, Formato MI-GS-RG-37.

No se deben realizar procedimientos y/o tareas para los que no está entrenado o autorizado.

Si se va a trabajar con ácidos concentrados se debe realizar en la cabina extractora de gases y utilizar mascarilla de gases.

Disposición de residuos:

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado rotulados de acuerdo a lo establecido en el laboratorio y diligenciar el formato de entrega de residuos químicos para disposición final: MI-GS-RG-375 y manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.


6. FUNDAMENTO DEL METODO DE ENSAYO

6.1 MÉTODO

El hierro es un elemento que puede ser un problema para el abastecimiento del agua potable. No es peligroso para la salud. El hierro puede darle al agua un olor, sabor y color indeseable. El hierro causa manchas rojizas-café en la ropa, porcelana, platos, utensilios, vasos, lavaplatos, accesorios de plomería y concreto. Los detergentes no remueven estas manchas. El cloro casero y los productos alcalinos (tales como el sodio y bicarbonato) pueden intensificar las manchas.

Los depósitos de hierro se acumulan en los tubos de cañería, tanque de presión, calentadores de agua y equipo ablandador de agua. Estos depósitos restringen el flujo del agua y reducen la presión de la misma. Más energía se requiere para bombear agua a través de tubos tapados y para calentar agua si los rodos de los calentadores están cubiertos con depósitos minerales. Esto aumenta los costos de la energía y del agua.

El agua contaminada con hierro usualmente contiene bacterias con hierro, dichas bacterias se alimentan de los minerales que hay en el agua. No causan problemas de salud, pero sí forman una baba rojiza-café en los tanques de los inodoros y pueden tapar los sistemas de aguas.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	3 de 10

El hierro es común en la superficie de la tierra. A medida que el agua se filtra por el suelo y las piedras puede disolver estos minerales y acarrearlos hacia el agua subterránea. Además, los tubos de hierro pueden corroerse y lixiviar (disolver) hierro dentro del abastecimiento de agua residencial.

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.

El hierro puede ser disuelto y reducido al estado ferroso por ebullición con ácido e hidroxilamina y tratado con 1,10-fenantrolina a pH entre 3,2 a 3,3. Tres moléculas de fenantrolina quelatan cada átomo de hierro ferroso para formar un complejo rojo-anaranjado. La solución coloreada cumple con la ley de Beer; su intensidad es independiente del rango de pH de 3 a 9. A valores de pH entre 2,9 y 3,5 se asegura el desarrollo de una coloración rápida en presencia de un exceso de fenantrolina.

En la presencia de cantidades excesivas de constituyentes orgánicos, la muestra primero debe ser digerida con ácido sulfúrico para destruir complejos orgánicos y asegurar la completa disolución del hierro. La solución resultante se lleva a normalidad de 7-8 N en HCl y el hierro se separa de las sustancias interferentes por extracción de cloruro férrico, (FeCl₃), en éter isopropílico. Después de la re-extracción del hierro en agua éste se reduce con hidroxilamina.


7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

Entre las sustancias que interfieren en el análisis se encuentran agentes oxidantes fuertes, cianuro, nitritos y fosfatos (polifosfatos más que ortofosfatos), cromo, zinc en concentraciones que excedan 10 veces la concentración del hierro, cobalto y cobre en concentraciones mayores a 5 mg/L y níquel en concentraciones mayores de 2 mg/L. El bismuto, cadmio, mercurio, molibdato y la plata precipitan la fenantrolina. Al acidular la muestra y someterla a ebullición se degradan las polifosfatos a ortofosfatos, y se eliminan cianuros y nitritos. La mayor cantidad de interferencias son muy evidentes cuando se trabajan muestras sintéticas con altos contenidos de metales pesados.

La adición de un exceso de hidroxilamina elimina las interferencias causadas por la concentración excesiva de oxidantes fuertes.

Cuando la concentración de iones metálicos que interfieren es excesiva, se puede utilizar el método de la extracción con éter isopropílico o isopropílico.

Si la muestra presenta color apreciable y materia, es necesario evaporar y calcinar el residuo suavemente en un crisol de sílice, porcelana o platino que haya sido previamente hervido en una mezcla de ácido clorhídrico 6 N, durante varias horas. El residuo calcinado debe ser disuelto con ácido clorhídrico.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	4 de 10

Si la muestra contiene un exceso de materia orgánica y de iones que interfieren, es necesario efectuar una digestión antes de la extracción.

8. RECOLECCION E IDENTIFICACION DE LA MUESTRA

La muestra para el análisis debe ser recolectada en un recipiente de vidrio o de plástico que se encuentre totalmente limpio, asegurar la cadena de frío y la debida identificación de la muestra con el rotulo. La muestra debe estar completamente identificada en el acta de toma de muestra de agua MI-GS-RG-110.

Antes de tomar una alícuota de la muestra para la determinación de hierro, agitar fuertemente el recipiente para obtener una suspensión homogénea, cuidando que el hierro coloidal no quede adherido a las paredes del recipiente. Este problema puede ser eliminado utilizando recipientes plásticos.

9. CONSERVACION DE LA MUESTRA

La muestra debe transportarse y mantenerse en refrigeración a 4°C evitando su congelación hasta el momento del análisis. Una muestra preservada bajo estas condiciones puede almacenarse por un periodo de 6 meses.


10. RECURSOS

10.1 Materiales:

- ✓ Balones aforados de 50 a 1000 ml.
- ✓ Vasos de precipitado de 20, 50 y 100 ml
- ✓ Erlenmeyer de 50, 125 y 250 ml
- ✓ Perlas de ebullición.
- ✓ Pipetas aforadas y/o graduadas de 1, 5 10 ml.
- ✓ Probetas de 50 y 100 ml.
- ✓ Celda de cuarzo de 10 mm.
- ✓ Pera o pipeteador

10.1 Equipos

- ✓ Balanza analítica
- ✓ Plancha de calentamiento
- ✓ Cabina de extracción
- ✓ Espectrofotómetro UV-Vis, 510 nm

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	5 de 10

11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

11.1 Reactivos:

Los reactivos deben ser de grado analítico y contar con el respectivo certificado de análisis de trazabilidad. Cuando se preparen las soluciones se debe diligenciar los formatos de Preparación de reactivos MI-GS-RG-101, Formato valoración de reactivos MI-GS-RG-107, Formato Verificación de balanza MI-GS-RG-102, Formato de verificación de agua destilada MI-GS-RG-106.


- Ácido clorhídrico concentrado
- HCl 1:1
- Ácido Acético Glacial.
- Solución de hidroxilamina
- Solución tampón de acetato de amonio ($\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$)
- Solución de acetato de sodio
- Solución de fenantrolina ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$)
- Solución de Permanganato de potasio 0.1N
- Solución stock de hierro (100 mg/L)
- Solución estándar de control de alta concentración (2 mg Fe/L)
- Solución estándar de Hierro (1.5 mg Fe/L)
- Solución estándar de control de alta concentración (0.7mg Fe/L)
- Solución estándar de control baja concentración (0.3 mg Fe/L)
- Éter diisopropílico o éter isopropílico.

12. DESCRIPCION DEL PROCEDIMIENTO

12.1 Preparación del equipo Espectrofotómetro

- Limpiar la carcasa, los compartimentos de cubetas y todos los accesorios únicamente con un paño suave húmedo. También se puede usar una solución jabonosa.
- No dejar restos de agua en los compartimentos de cubetas.
- No introduzca cepillos ni objetos filosos en el compartimiento de cubetas, para evitar dañar los componentes mecánicos.
- Seque las partes con cuidado con un paño suave de algodón.
- Enjuagar las celdas varias veces con agua corriente y posteriormente con agua destilada y desionizada. Después de utilizarlas, limpie las celdas con papel de arroz o material no abrasivo.

12.2 Preparar curva de calibración: Preparar la serie siguiente de soluciones de hierro midiendo los volúmenes indicados de solución patrón de hierro, de 0, 0.3, 0.7, 1.5, 2.0 mg Fe/L

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	6 de 10

La curva de calibración realizada se puede grabar en el equipo y cada vez que se realice análisis de hierro, se selecciona la curva grabada


Se debe verificar la curva periódicamente. En el caso que las soluciones de control no arrojen el valor deseado y se realicen las debidas verificaciones, se debe construir la curva nuevamente como se indicó anteriormente.

12.3 Determinación de hierro

- Mezclar cuidadosamente la muestra, medir 50 ml en una probeta y transferir a un erlenmeyer de 125 ml.
- Añadir 2 ml de HCl 1:1 y 1 ml de solución de Hidroxilamina, añada unas cuantas perlas de ebullición de vidrio y calentar a ebullición.
- Continuar la ebullición hasta que el volumen se reduzca de 15 a 20 ml), evitar que la muestra llegue a sequedad, si ocurre adicionar 2 mL de ácido clorhídrico concentrado y 5 mL de agua destilada y desionizada y disolver.
- Enfriar la muestra hasta temperatura ambiente, transferir a un tubo de ensayo o tubos nessler de 50 mL y adicionar 10 ml de solución tampón de acetato de amonio $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ y 4 ml de solución de fenantrolina, diluir y mezclar completamente
- Dejar durante 15 minutos en reposo para que se desarrolle el color al máximo.
- Leer la absorbancia de cada muestra y de cada patrón en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 510 nm, utilizando como blanco agua destilada y desionizada, para fijar la absorbancia cero.
- Tratar los patrones con el mismo procedimiento de las muestras para la determinación del hierro.
- Registrar el valor de la absorbancia de las muestras en el Formato MI-GS-RG-589 Verificación de técnicas de espectrofotometría.
- Registrar el valor de la absorbancia de los patrones en el formato de control y en la respectiva carta control.
- Calcular la concentración de la muestra analizada comparando con la curva de calibración.

13. CONTROL DE CALIDAD ANALITICO

- Analizar por cada lote de muestras, un blanco (agua destilada).
- Verificar la carta de control del método (el estándar seleccionado debe encontrarse en los límites de control/alarma). La solución estándar de control puede ser de concentración baja, media o alta (0.3, 0.7, 1.0 y 1.5 ppm). Se debe hacer una verificación del método cada vez que el equipo espectrofotómetro se lleve a

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	7 de 10

mantenimiento o cuando se realice un cambio que pueda afectar las condiciones del método.

- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen.

14. ANALISIS Y EXPRESION DE RESULTADOS

14.1 Cálculos:

Interpolando en la curva de calibración calcular la concentración de mg Fe/L directamente. El resultado se reporta con 1 cifra decimal, ejemplo: 0,2 o 0,6 mg/L de Fe. En caso de dilución aplique la siguiente relación:

$$\text{Concentración} \left(\text{mg de } \frac{\text{Fe}}{\text{L}} \right) = \frac{C \times B}{M}$$

Donde:

C= concentración de hierro en mg/L interpolada en la curva de calibración.

B= factor de corrección por dilución en mL.

M=volumen de muestra tomado para diluir (mL).

15. EMISION DEL INFORME DE RESULTADOS

Para muestras de agua para consumo humano, natural superficial, natural subterránea que en el acta de toma de muestra de agua (MI-GS-RG-110) tenga como objeto vigilancia, procedentes de los municipios categoría 4,5,6 y municipios categoría 1,2,3, con Convenio, se reportaran en la herramienta SIVICAP.


Para muestras de agua para consumo humano, natural superficial, natural subterránea que en el acta de toma de muestra de agua (MI-GS-RG-110) tenga como objeto diagnóstico o ETA se reporta en el formato MI-GS-RG-293: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Consumo Humano, y aguas de uso recreativo y estructuras similares, se reportan utilizando el formato: MI-GS-RG-167 Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Uso Recreativo y Estructuras Similares.

Los resultados de los análisis se reportan con una cifra significativa.

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

No aplica.

17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	8 de 10

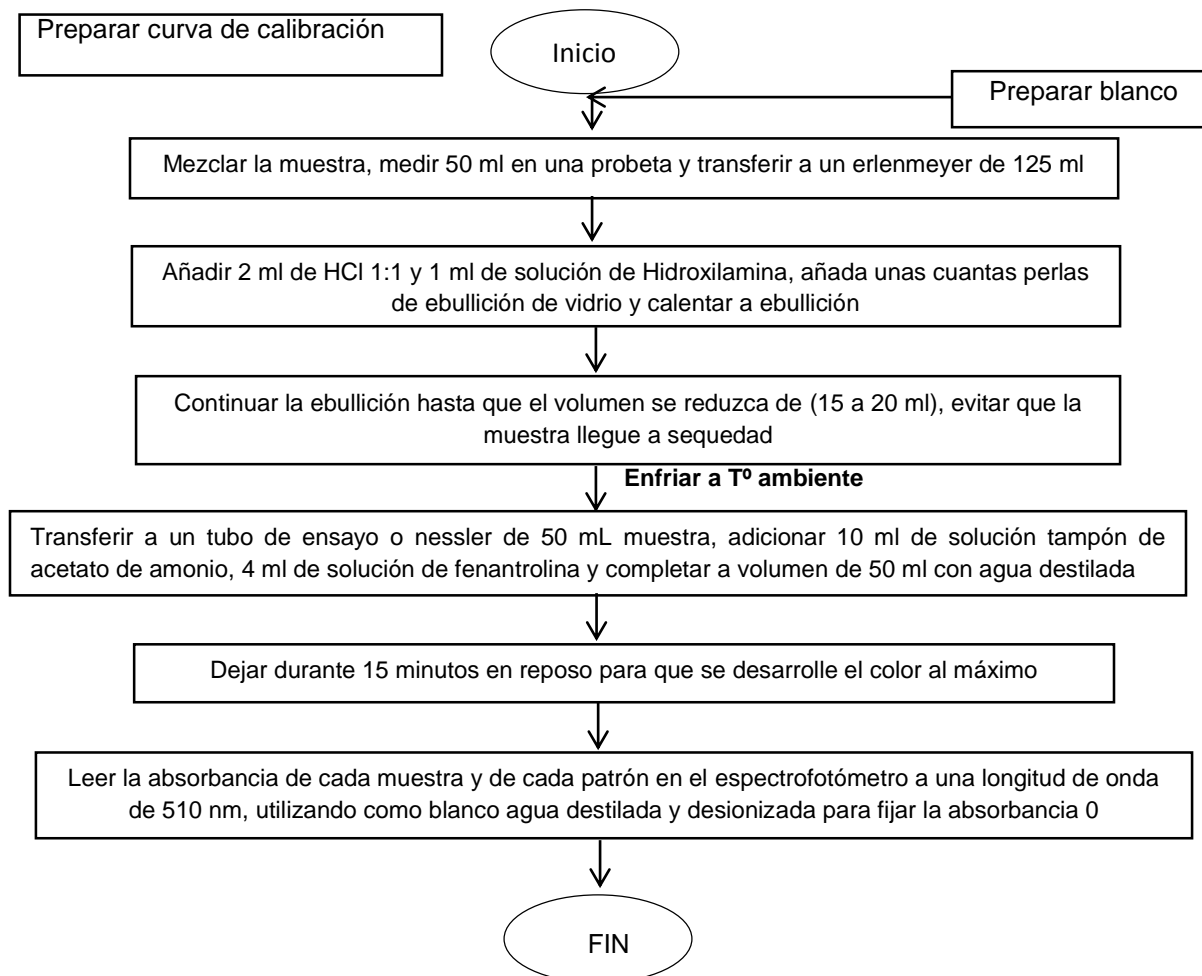
Eaton, A. & Franson, M. 2005. American water works association & water environment federation. Standard methods for the examination of water and wastewater. Edición 21. Washington-U.S.A: American Public Health Association.


Nava G. 2011. Manual de métodos fisicoquímicos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. Bogotá-Colombia: Programa de vigilancia por laboratorio de la calidad de agua para consumo humano-Instituto Nacional de Salud, INS. 95 99.
Standard methods for the Examination of Water and Wastewater 3500-Fe D Metodo de fenantrolina.

Manual Espectrofotómetro UV-VIS DR 6000 I HACH LANGE.

18. ANEXOS

18.1 Diagrama de flujo. Procedimiento para la determinación de hierro total:



	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	9 de 10

18. 2 Documentos asociados

Formato MI-GS-RG-378: Verificación de uso de elementos de protección.

Formato MI-GS-RG-37: Control de Temperatura y Humedad.

Formato MI-GS-RG-375: Entrega de residuos químicos para disposición final.

Formato MI-GS-RG-110: Acta de toma de muestra de agua.

Instructivo de uso de equipos.

Formatos MI-GS-RG-101: Preparación de reactivos.

Formato MI-GS-RG-107: Valoración de reactivos.

Formato MI-GS-RG-102: Verificación de balanza.

Formato MI-GS-RG-102: Verificación de agua destilada.

Formato MI-GS-RG-103: Verificación de conductividad.


Formato MI-GS-RG-589: Verificación de técnicas de espectrofotometría.

Formato MI-GS-RG-526: Hoja de trabajo.

Formato Carta control.

Formato MI-GS-RG-293: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Consumo Humano.

Formato: MI-GS-RG-167: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Uso Recreativo y Estructuras Similares.

	MANUAL PARA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA Laboratorio de Salud Pública	CÓDIGO	MI-GS-MA-40
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	01/09/2022
		PÁGINA	10 de 10

19. CONTROL DE CAMBIOS.

CONTROL DE CAMBIOS					
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	ELABORO	REVISO	APROBO
0	03/06/2022	Emisión inicial del documento	AURA VICTORIA BARRERA Profesional universitario Físico Químico Aguas SHYRLEY M CUCAITA Responsable técnico Físico Químico Aguas, Alimentos y Bebidas.	ALBA ROCIO ORDUZ A Líder Grupo LSP GERMAN MARIN C Director de Salud Integral DIEGO SANCHEZ BAEZ Coordinador Grupo de Apoyo a la Gestión y Calidad. CESAR ERNESTO SAENZ ARANDA Director de Planeación y Mejoramiento en Salud.	JAVIER LONSO VILLAMIZAR SUAREZ Secretario de Salud de Santander