

1016UY

Determinación de pH en suelo y residuos.



Método electrométrico

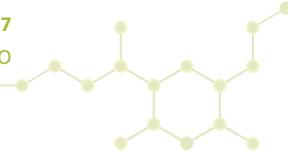
Elaborado - R. Gálvez

Modificado - No aplica

Revisado - S. Azambuya, Jefe Sección Físicoquímico

Aprobado - N. Barboza, Director División Laboratorio Ambiental





1. APLICACIÓN

- 1.1. Esta normativa técnica se utiliza para la determinación de pH electrométricamente, en muestras de suelo, residuos sólidos, lodos y líquidos no acuosos.

2. REFERENCIAS

- 2.1. Manual de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.2. Manual de Gestión de Calidad – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.3. Manual de Control de Calidad Analítico – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.4. Carpeta de funcionamiento y mantenimiento de equipos – Laboratorio Ambiental DINAMA
- 2.5. Ruta de análisis (RFQ 26)
- 2.6. Instructivos de uso del analizador de iones (INE 98)

3. RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1. La muestra es mezclada con agua desionizada, y la determinación de pH se realiza en la fase líquida sobrenadante obtenida.

4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. Usar lentes de seguridad, túnica y guantes descartables

5. INTERFERENCIAS

- 5.1. Muestras con muy bajo o muy alto pH pueden dar medidas incorrectas. Por ejemplo para $\text{pH} > 10$, la determinación es menor. Soluciones muy ácidas, con un pH verdadero menor a 1 puede dar valores de medición mayores.
- 5.2. La fluctuación de la temperatura provoca errores en la determinación.
- 5.3. Una limpieza insuficiente del electrodo entre muestras puede producir errores.

6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 6.1. Recolectar la muestra en bolsa de polietileno con cierre hermético e impermeable. Muestra mínima 200 g; refrigerada $\leq 6\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($> 0\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- 6.2. La muestra debe ser analizada lo antes posible (15 minutos).

7. INSTRUMENTAL Y MATERIALES

- 7.1. Agitador magnético.
- 7.2. Pastillas magnéticas.
- 7.3. Analizador de iones.
- 7.4. Electrodo combinado para determinación de pH, o electrodo de pH y electrodo de referencia.
- 7.5. Termómetro con precisión a $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ o electrodo de pH con corrector de temperatura.
- 7.6. Balanza de resolución 0,1 g.
- 7.7. Matraz de borosilicato de 250 mL mínimo, que tengan tapa o la posibilidad de ser mantenidos cerrados.

8. REACTIVOS

- 8.1. Agua desionizada (grado 2, según ISO 3696 en su versión vigente)
- 8.2. Soluciones buffer: Se puede utilizar soluciones comerciales; de lo contrario soluciones preparadas según:
 - pH 4,00 a 20 °C Disolver 10,21 g de ftalato ácido de potasio ($C_8H_5KO_4$ Nro. CAS 877-24-7) en 1000 mL de agua desionizada (8.1). Dicho sólido debe ser secado por 2 h a $115\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.
 - pH 6,88 a 20 °C Disolver 3,39 g de fosfato de potasio monobásico (KH_2PO_4 Nro. CAS 7778-77-0), y 3,53 g de fosfato de sodio dibásico (Na_2HPO_4 Nro. CAS 7558-79-4) en agua desionizada (8.1), y diluir a 1000 mL. El fosfato de potasio monobásico (KH_2PO_4) debe ser secado por 2 h a $115\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.
 - pH 9,22 a 20 °C Disolver 3,80 g tetraborato de sodio decahidratado ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ Nro. CAS 1303-96-4) en agua desionizada (8.1), y diluir a 1000 mL; dicho sólido, si es almacenado por mucho tiempo puede perder aguas de cristalización.

Nota 1: Salvo que se especifique, se debe emplear reactivos para análisis (PA), que son aquellos cuyo contenido en impurezas no rebasa el número mínimo de sustancias determinables por el método que se utilice.

9. PRECAUCIONES PARA LA OPERACIÓN

- 9.1. En el caso que el pH determinado sea mayor a 10 unidades de pH, se deberá informar como estimado el valor obtenido, o de lo contrario contar con un electrodo específico para este tipo de medidas.
- 9.2. El secado del suelo puede influir en el valor de pH obtenido, principalmente en muestras que contengan sulfuros, el valor obtenido puede verse significativamente disminuido.

10. CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

- 10.1. Ajuste del analizador de iones según instructivo correspondiente, utilizando por lo menos dos soluciones buffer.
Repetir el ajuste con una nueva fracción si el valor obtenido de la solución buffer se aparta en más de 0,05 unidades de pH de su valor nominal.
- 10.2. Se debe controlar la temperatura a $25\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, por lo que se recomienda la utilización de un baño para termostatar las muestras y los buffer.
- 10.3. Se debe constatar la calidad del agua que se utiliza.
- 10.4. Dejar registro en la ruta correspondiente:
 - Analizador de iones.
 - Número de inventario del electrodo utilizado.
 - Buffer utilizados.
 - Termómetro utilizado.
 - Slope obtenido en el ajuste.

11. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

Preparación y determinación de pH

- 11.1. Llevar la muestra a temperatura ambiente; homogeneizarla en una bolsa de polietileno previo a la realización de la toma.
- 11.2. Realizar una mezcla 1 a 1 de muestra y agua desionizada. Experimentalmente se determina que la masa más adecuada es 50 g.
- 11.3. Colocar 50 g de muestra en un matraz de 250 mL, agregar 50 g de agua desionizada; cubrir, y agitar por 5 minutos. Diluciones adicionales están permitidas para muestras higroscópicas, con sales o matrices problemáticas. (Nota 1)
- 11.4. Dejar reposar la suspensión por 1 hora en el caso de suelos y 15 minutos para residuos, dentro del baño termostatzado, para permitir que la mayoría de las partículas suspendidas decanten, trasvasar el sobrenadante a un vaso de Bohemia. Si es necesario, se puede filtrar o centrifugar la muestra para realizar la medición.



- 11.5. Mantener el sobrenadante dentro del baño termostatzado hasta el momento de realizar la medición.
- 11.6. La medición de pH se deber realizar en el sobrenadante para establecer un buen contacto con la solución obtenida, siendo el volumen mínimo necesario para poder hacer la determinación unos 20 mL

Nota 2: Si el residuo o suelo es higroscópico y absorbe toda el agua desionizada, realizar una nueva toma utilizando una proporción de 1:2 o sea que por ejemplo para 50 g de muestra utilizar 100 g de agua desionizada; o un múltiplo de esto, continuar en el pto. 12.1.

Nota 3: Si el sobrenadante posee más de una fase, descartar la fase oleosa y realizar la medición en la fase acuosa, teniendo en consideración la limpieza adecuada del electrodo.

12. ANALISIS DE DATOS

- 12.1. Informar el resultado de la determinación con 0,1 unidades de pH.

13. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

- 13.1. **Control instrumental:** El porcentaje de slope obtenido debe ser mayor a 92 %.
- 13.2. **Control de la exactitud:** Luego de realizado el análisis verificar con una solución buffer comercial o preparada que el valor obtenido no se aparte más del 10 % de lo teórico.
- 13.3. **Control de precisión:** Se debe realizar el análisis por duplicado de las muestras. Verificar que la dispersión de los duplicados esté dentro de los límites de control de Rangos normalizados correspondientes. (Según Manual de Control de Calidad Analítico).
- 13.4. **Control de repetibilidad:** Establece la diferencia máxima que se puede obtener en los duplicados, según el rango de pH que se esté determinando.

Rango de pH	Diferencias aceptables
pH ≤ 7,00	0,15
7,00 < pH < 7,50	0,20
7,50 ≤ pH ≤ 8,00	0,30
pH > 8,00	0,40

14. BIBLIOGRAFÍA

- 14.1. EPA – Method 9045D – Soil and waste pH
- 14.2. ISO 10390:2005 (E) Soil quality – Determination of pH