

# 1060UY

**Determinación de CDOM (materia orgánica disuelta coloreada) por color verdadero usando método óptico**

Método espectrofotométrico

Elaborado - N. Bado

Modificado - M. Curto

Revisado - P. Simone, Jefe Depto. Análisis Físicoquímicos y Biológicos

Aprobado - N. Barboza, Director División Laboratorio Ambiental





## 1. APLICACIÓN

- 1.1. Esta normativa técnica espectrofotométrica es utilizada para la determinación de CDOM (colored dissolved organic matter) como color verdadero en aguas naturales filtradas. El rango lineal es de aproximadamente 15 mg Pt/L a 450 mg Pt/L, correspondientes a un coeficiente de absorción espectral  $\alpha$  (436 nm) de 0,31 a 10,11  $\text{m}^{-1}$  y  $\alpha$  (458 nm) de 0,42 a 12,17  $\text{m}^{-1}$  para las condiciones de trabajo con celdas de 50 mm de camino óptico. El límite de detección es de aproximadamente 5 mg Pt/L correspondiente a un  $\alpha$  (436 nm) de 0,09  $\text{m}^{-1}$  y  $\alpha$  (458 nm) de 0,15  $\text{m}^{-1}$ .

## 2. REFERENCIAS

- 2.1. Manual de Calidad – Laboratorio Ambiental DINACEA.
- 2.2. Manual de Gestión de Calidad – Laboratorio Ambiental DINACEA.
- 2.3. Manual de Control de Calidad Analítico – Laboratorio Ambiental DINACEA.
- 2.4. Carpeta de mantenimiento y control de equipos– Laboratorio Ambiental DINACEA.
- 2.5. Instructivo de uso de Balanza (INE 94).
- 2.6. Instructivo de pH-metro (INE 98).
- 2.7. Instructivo bombas de vacío (INE 01, INE 02).
- 2.8. Instructivo espectrofotómetro (INE 146).
- 2.9. Instructivo de uso de destilador y desionizador de agua (INE 82, INE 109, INE 121).
- 2.10. Ruta de análisis (RFQ 51).
- 2.11. Registro de preparación de solución control (RPS 24).
- 2.12. Especificaciones mínimas de calidad para reactivos y agua utilizada en el Laboratorio Ambiental de DINACEA (ES 01).

## 3. RESUMEN DEL MÉTODO

- 3.1. La materia orgánica disuelta coloreada (CDOM) absorbe la luz visible, UV-A y UV-B del espectro electromagnético, principalmente debido a que contiene múltiples enlaces dobles de carbono. Por esta razón, CDOM es considerada como la fracción principal de la materia orgánica disuelta, que absorbe la luz en los ambientes acuáticos. CDOM es el componente medible ópticamente de la materia orgánica disuelta en agua, también conocida como materia orgánica disuelta cromofórica, “gelbstoff” o sustancias húmicas, y se define como la materia orgánica que pasa a través de filtros de tamaño de poro nominal de 0,45  $\mu\text{m}$ .
- 3.2. El color de las aguas superficiales y subterráneas resulta primariamente de la presencia de materia orgánica natural, particularmente de la materia húmica acuática. La caracterización de la intensidad de color de una muestra de agua se realiza mediante la medida de absorción de la luz. Los diferentes colores generan un máximo de absorción a diferentes longitudes de onda de la radiación incidente.
- 3.3. El color del agua es determinado usando un espectrofotómetro a una longitud de onda en el rango del espectro visible. Siempre se debe usar  $\lambda = 436 \text{ nm}$  para aguas naturales; pueden realizarse medidas complementarias a longitudes de onda cercanas al máximo de absorción, el cual es determinado realizando una medida de espectro en un espectrofotómetro de barrido aplicable al rango visible.

## 4. PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

- 4.1. Usar túnica, lentes de seguridad y guantes.
- 4.2. Cada reactivo debe ser considerado como un peligro potencial para la salud, la exposición a los mismos debe ser minimizada.

## 5. INTERFERENCIAS

- 5.1. La muestra de agua es filtrada previo a su medición, para evitar las interferencias de la materia orgánica no disuelta. Sin embargo, esta filtración puede provocar más interferencias (por ejemplo, debido a reacciones de oxidación provocadas por el contacto con el aire o debido a las precipitaciones iniciadas por la etapa de filtración). Como un ejemplo, compuestos de hierro y manganeso pueden ser retenidos en el filtro o transferidos a un estado de oxidación coloreado.

- 5.2. En algunos casos no es posible obtener un filtrado claro, particularmente en presencia de sólidos coloidales. Cuando esto sucede se debe mencionar en el reporte la presencia de sólidos coloidales.
- 5.3. El pH influye sobre el color de las muestras, por este motivo se debe informar en el reporte de resultados.

## 6. MUESTREO Y PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

- 6.1. Recolectar 250 mL de muestra filtrada, sin cámara de aire, en recipientes limpios de vidrio color ámbar, enjuagados con HCl 1+1. Realizar la determinación de color dentro de las 24 h de extraída la muestra, debido a que los cambios biológicos o físicos que ocurren durante el almacenamiento pueden cambiar el color. Con aguas naturales coloreadas, estos cambios llevan a resultados pobres.
- 6.2. Si no es posible realizar el análisis dentro de las 24 h, se puede almacenar hasta por 5 días en la oscuridad a  $4 \pm 2$  °C y llevarlas a temperatura ambiente antes de medir. Prevenir la aireación de la muestra durante su almacenamiento, especialmente en muestras donde puede ocurrir el cambio de color debido a reacciones redox.

## 7. INSTRUMENTAL Y MATERIALES

- 7.1. Espectrofotómetro aplicable al rango visible del espectro, con ancho de banda  $\leq 10$  nm.
- 7.2. Celda de vidrio de 50 mm de camino óptico.
- 7.3. pH- metro y electrodo de pH.
- 7.4. Balanza de resolución 0,01 g.
- 7.5. Matraces aforados de 500 y 1000 mL.
- 7.6. Erlenmeyer de 50 mL.
- 7.7. Pipetas automáticas de volumen variable 0,1-10 mL.
- 7.8. Filtros de membrana de fibra de vidrio de 0,45  $\mu\text{m}$  de diámetro de poro de 47 mm de diámetro o según corresponda al equipo de filtración.
- 7.9. Equipo de filtración: bomba de vacío, kitasato para trampa de agua, recipiente recolector de filtrado, soporte de filtro.

## 8. REACTIVOS

- 8.1 Agua desionizada (según ES 01).
- 8.2 Cloroplatinato de potasio ( $\text{K}_2\text{PtCl}_6$  Nro. CAS 16921-30-5).
- 8.3 Cloruro de cobalto ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  Nro. CAS 7391-13-1).
- 8.4 Ácido clorhídrico concentrado (HCl cc Nro. CAS 7647-01-0).
- 8.5 Ácido húmico.
- 8.6 Bicarbonato de sodio ( $\text{NaHCO}_3$  Nro. CAS 144-55-8).
- 8.7 Dependiendo de la disponibilidad de reactivos, es posible preparar la “solución Control de CDOM” como se describe en a) o b):
  - a) Solución estándar control de CDOM de aproximadamente 3000 mg Pt/L: Mezclar 4,2 g de  $\text{NaHCO}_3$  y 92 mg de ácido húmico en un matraz aforado de 500 mL. Añadir 50 mL de agua desionizada y agitar vigorosamente por algunos minutos hasta disolución. Agregar agua hasta el aforo. Filtrar si es necesario. Almacenar la solución en la oscuridad a  $4 \pm 2$  °C en botella de vidrio. Esta solución es estable por 3 meses.
  - b) Solución estándar control de CDOM de aproximadamente 500 mg Pt/L: disolver 1,246 g de cloroplatinato de potasio (equivalente a 500 mg de platino metálico) y 1,00 g de cristales de cloruro de cobalto en agua desionizada con 100 mL de HCl concentrado y diluir a 1000 mL con agua desionizada. Asimismo, se pueden emplear soluciones comerciales de esta concentración, las cuales pueden ser empleadas como estándar primario.

Realizar las diluciones pertinentes para obtener una solución Control de CDOM que se encuentre con una concentración aproximada a la de las muestras.

## 9. PRECAUCIONES PARA LA OPERACIÓN

9.1. Permitir que las muestras alcancen temperatura ambiente.

## 10. CALIBRACIÓN DEL MÉTODO

10.1. La curva de calibración se realiza durante la validación, utilizando soluciones de concentración en el rango de trabajo (entre 15 y 450mgPt/L).

## 11. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

11.1. Filtrar la muestra con filtro de membrana de 0,45 µm de diámetro de poro.

11.2. Medir el pH de la muestra filtrada.

11.3. En caso de ser necesario la muestra puede ser diluida con un volumen conocido de agua desionizada, luego del filtrado.

11.4. Transferir la muestra a la celda óptica. La celda de referencia lleva agua desionizada.

11.5. Si el coeficiente de absorción espectral,  $\alpha$ , a la longitud de onda,  $\lambda$ , es menor a  $0,1 \text{ cm}^{-1}$ , el camino óptico de la celda debe ser de 10 mm o mayor.

11.6. Medir las aguas naturales a 436 nm contra el blanco de agua desionizada.

11.7. Si se desea, realizar mediciones adicionales a un  $\lambda$  donde se encuentre el máximo de absorción (458 nm). En este caso, reportar como observaciones en el informe de resultados.

## 12. ANÁLISIS DE DATOS

12.1. Calcular el coeficiente de absorción espectral,  $\alpha(\lambda)$ , en absorbancia por metro, usando la siguiente ecuación:

$$\alpha(\lambda) = \frac{A}{d} f$$

Donde:

A la absorbancia de la muestra de agua a  $\lambda$

d el camino óptico de la celda en milímetros

f un factor para expresar el coeficiente de absorción espectral en metros<sup>-1</sup>(f=1000)

El volumen de agua usado para realizar diluciones se debe tener en cuenta al expresar los resultados.

## 13. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

13.1. **Control de veracidad:** Analizar una dilución de la solución de “Control de CDOM” (8.7), que posea una concentración cercana a la de las muestras, simultáneamente con las mismas. Se compara el resultado con su valor de referencia (interpolando en la curva de calibración vigente). Se acepta el resultado cuando se encuentre del rango 85-115% hasta contar con el gráfico de control correspondiente.

13.2. **Control de la precisión:** Realizar un duplicado cada cinco muestras y por lo menos uno por serie, e informar el promedio de ambos valores. El criterio de aceptación es de 5% hasta contar con el gráfico de control correspondiente.

## 14. BIBLIOGRAFÍA

14.1. ISO 7887: 2011 (en) Water quality – Examination and determination of color. Method B: Determination of the true colour using optical instruments, pp 3 to 5.

14.2. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. In: Lipps WC, Braun-Howland EB, Baxter TE, eds. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 24th ed. Washington DC: APHA Press; 2023. Method 2120 A. Color Introduction, pp 81 -82.

- 14.3. Revista de la Facultad de Ciencias, Rev. Fac. Cienc. Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín V 7 N°1 (enero-junio de 2018). ISSN-e 2357-5749. Artículo Investigación “VALIDACIÓN DE UN MÉTODO PARA EL ANÁLISIS DE COLOR REAL EN AGUA” M. Martínez, A. Osorio. Páginas 143 a 155 DOI: <https://doi.org/10.15446/rev.fac.cienc.v7n1.680>.
- 14.4. “Investigation of Colored Dissolved Organic Matter and Dissolved Organic Carbon Using Combination of Ocean Color Data and Numerical Model in the Northern Gulf of Mexico” (2012). LSU Master’s Theses. 249. [https://digitalcommons.lsu.edu/gradschool\\_theses/249](https://digitalcommons.lsu.edu/gradschool_theses/249).



