

ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS E ÍNDICE DE ESTADO TRÓFICO (TSI) DEL AGUA



Dra. Anaís Adauto Ureta

INSTITUTO PERUANO DE ENERGÍA NUCLEAR

1. CONCEPTOS Y FUNDAMENTOS

2. MUESTREO

3. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS

4. ÍNDICE DE ESTADO TRÓFICO (TSI)

5. CONCLUSIONES

- La **degradación de la calidad del agua** persiste como un importante problema ambiental a nivel mundial.
- En general, la **urbanización, la agricultura y el cambio climático** son factores clave que plantean múltiples variables de **estrés para los cuerpos de agua**.



¿Qué entendemos por calidad de agua?

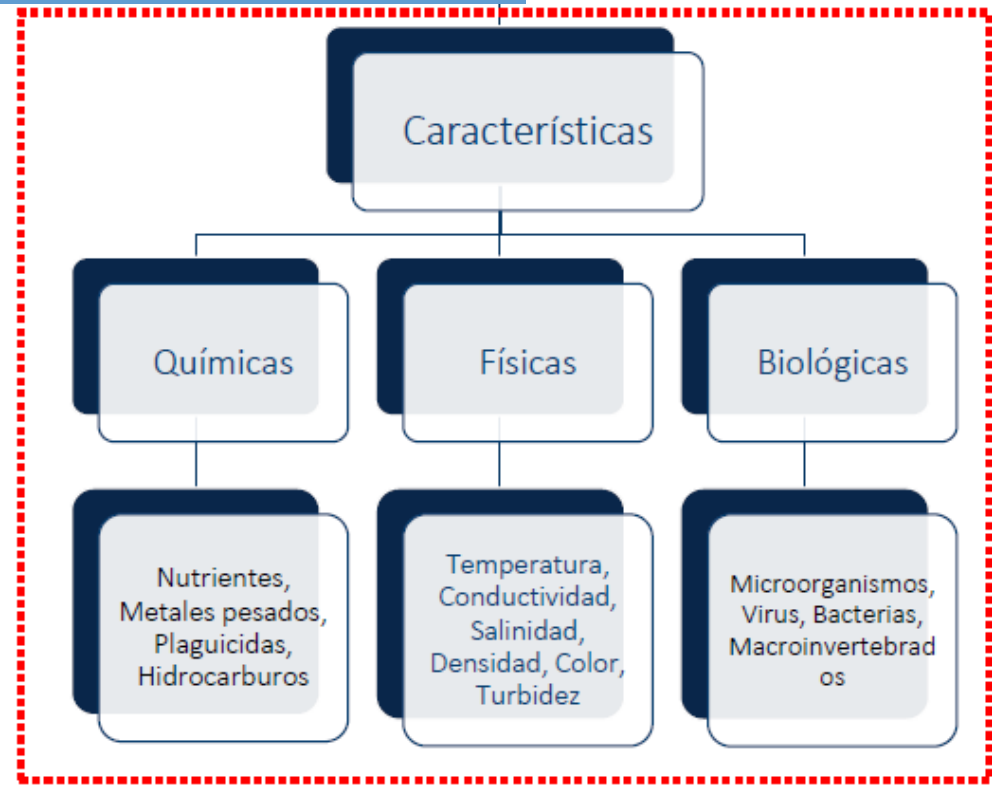


- Describe las características del agua para su uso.
- Son condiciones en que se encuentra el agua con respecto a características físicas, químicas y biológicas, en su estado natural o después de ser alteradas por el accionar humano.

CALIDAD DE AGUA



CONCEPTOS



¿Calidad para qué? ¿tipo de uso?

Aprueban Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para Agua y establecen Disposiciones Complementarias

DECRETO SUPREMO N° 004-2017-MINAM



Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para Agua

Norma: Decreto Supremo N° 004-2017-MINAM
 Agente: Agua
 Fecha: Junio 2017
 Fuente: Ministerio del Ambiente

10 **NORMAS LEGALES** Miércoles 7 de junio de 2017 / El Peruano

Aprueban Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para Agua y establecen Disposiciones Complementarias

DECRETO SUPREMO N° 004-2017-MINAM

EL PRESIDENTE DE LA REPÚBLICA

CONSIDERANDO:

Que, el numeral 22 del artículo 2 de la Constitución Política del Perú establece que toda persona tiene derecho a gozar de un ambiente equilibrado y adecuado al desarrollo de su vida;

Que, de acuerdo a lo establecido en el artículo 3 de la Ley N° 28911, Ley General del Ambiente, en adelante la Ley, el Estado, a través de sus entidades y órganos correspondientes, diseña y aplica, entre otros, las normas que sean necesarias para garantizar el efectivo ejercicio de los derechos y el cumplimiento de las obligaciones y responsabilidades contenidas en la Ley;

Que, el numeral 31.1 del artículo 31 de la Ley, define al Estándar de Calidad Ambiental (ECA) como la medida que establece el nivel de concentración o del grado de elementos, sustancias o parámetros físicos, químicos y biológicos, presentes en el aire, agua o suelo, en su condición de cuerpo receptor, que no representa riesgo significativo para la salud de las personas ni al ambiente;

Que, el numeral 31.2 del artículo 31 de la Ley establece que el ECA es obligatorio en el diseño de las normas legales y las políticas públicas, así como un referente obligatorio en el diseño y aplicación de todos los instrumentos de gestión ambiental;

Que, de acuerdo con lo establecido en el numeral 33.1 del artículo 33 de la Ley, la Autoridad Ambiental Nacional dirige el proceso de elaboración y revisión de ECA y Límites Máximos Permisibles (LMP) y, en coordinación con los sectores correspondientes, elabora o encarga las propuestas de ECA y LMP, los que serán remitidos a la Presidencia del Consejo de Ministros para su aprobación mediante Decreto Supremo;

Que, en virtud a lo dispuesto por el numeral 33.4 del artículo 33 de la Ley, en el proceso de revisión de los parámetros de contaminación ambiental, con la finalidad de determinar nuevos niveles de calidad, se aplica el principio de gradualidad, permitiendo ajustes progresivos a dichos niveles para las actividades en curso;

Que, de conformidad con lo establecido en el literal d) del artículo 7 del Decreto Legislativo N° 1013, Ley de Creación, Organización, y Funciones del Ministerio del Ambiente, este ministerio tiene como función específica elaborar los ECA y LMP, los cuales deberán contar con la opinión del sector correspondiente y ser aprobados mediante Decreto Supremo;

Que, mediante Decreto Supremo N° 002-2008-MINAM se aprueban los ECA para Agua y a través del Decreto Supremo N° 023-2008-MINAM, se aprueban las disposiciones para su aplicación;

Que, asimismo, mediante Decreto Supremo N° 015-2015-MINAM se modifican los ECA para Agua y se establecen disposiciones complementarias para su aplicación;

Que, mediante Resolución Ministerial N° 331-2016-MINAM se crea el Grupo de Trabajo encargado de establecer medidas para optimizar la calidad ambiental, estableciendo como una de sus funciones específicas, el analizar y proponer medidas para mejorar la calidad ambiental en el país;

Que, en mérito del análisis técnico realizado se ha identificado la necesidad de modificar, precisar y unificar la normatividad vigente que regula los ECA para agua;

Que, mediante Resolución Ministerial N° 072-2017-MINAM, se dispuso la prepublicación del proyecto normativo, en cumplimiento del Reglamento sobre Transparencia, Acceso a la Información Pública Ambiental y Participación y Consulta Ciudadana en el Ambiente, aprobado por Decreto Supremo N° 002-2009-MINAM, y el artículo 14 del Reglamento que establece disposiciones relativas a la publicidad,

Artículo 1.- Objeto de la norma
 La presente norma tiene por objeto cumplir las disposiciones aprobadas mediante el Decreto Supremo N° 002-2008-MINAM, el Decreto Supremo N° 023-2008-MINAM y el Decreto Supremo N° 015-2015-MINAM, que aprueban los Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para Agua, quedando sujetos a lo establecido en el presente Decreto Supremo y el Anexo que forma parte integrante del mismo. Esta compilación normativa modifica y elimina algunos valores, parámetros, categorías y subcategorías de los ECA, y mantiene otros, que fueron aprobados por los referidos decretos supremos.

Artículo 2.- Aprobación de los Estándares de Calidad Ambiental para Agua
 Apruébase los Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para Agua, que como Anexo forman parte integrante del presente Decreto Supremo.

Artículo 3.- Categorías de los Estándares de Calidad Ambiental para Agua
 Para la aplicación de los ECA para Agua se debe considerar las siguientes precisiones sobre sus categorías:

3.1 Categoría 1: Poblacional y recreacional

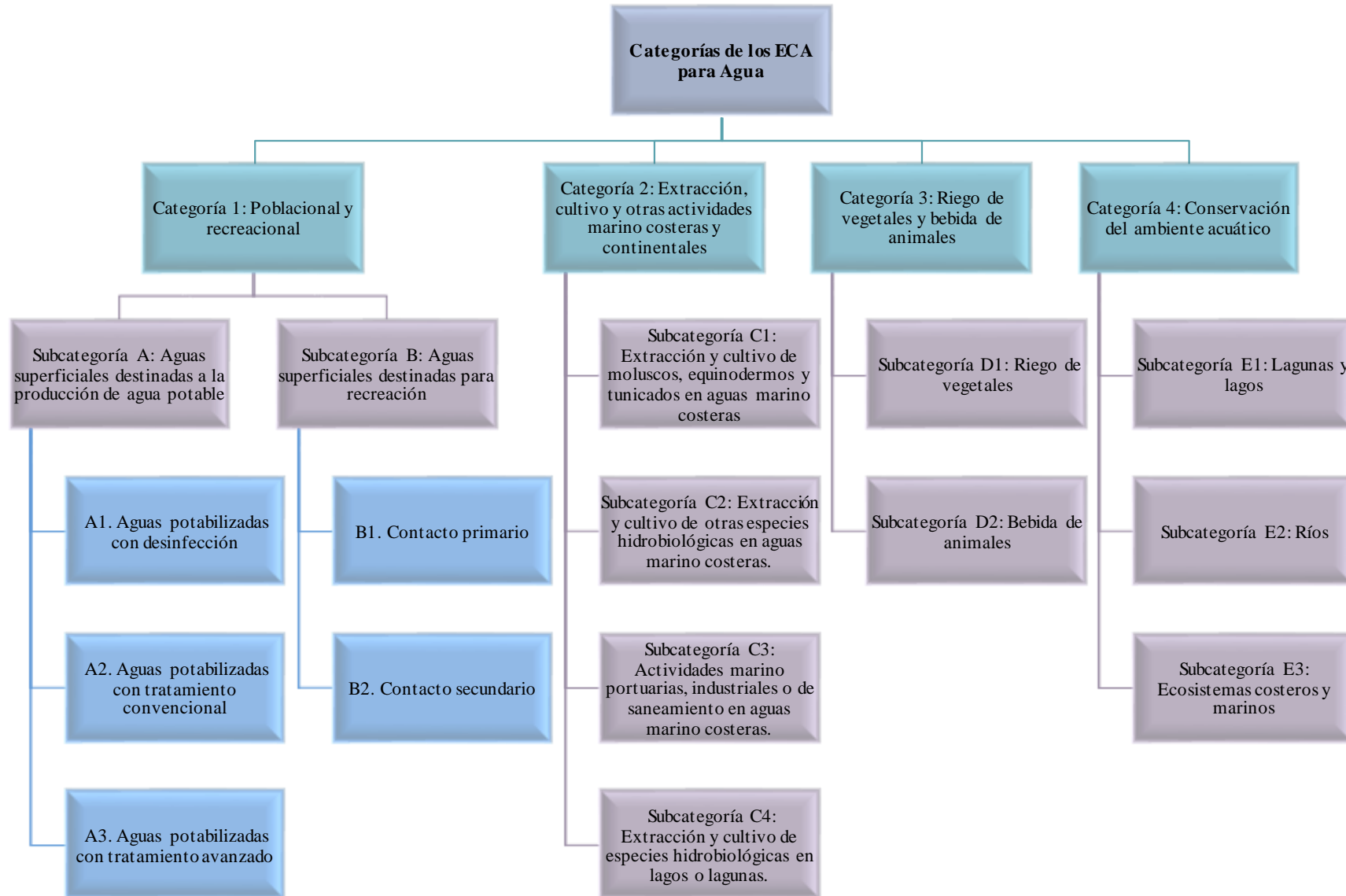
a) Subcategoría A: Aguas superficiales destinadas a la producción de agua potable
 Enténdase como aquellas aguas que, previo tratamiento, son destinadas para el abastecimiento de agua para consumo humano:

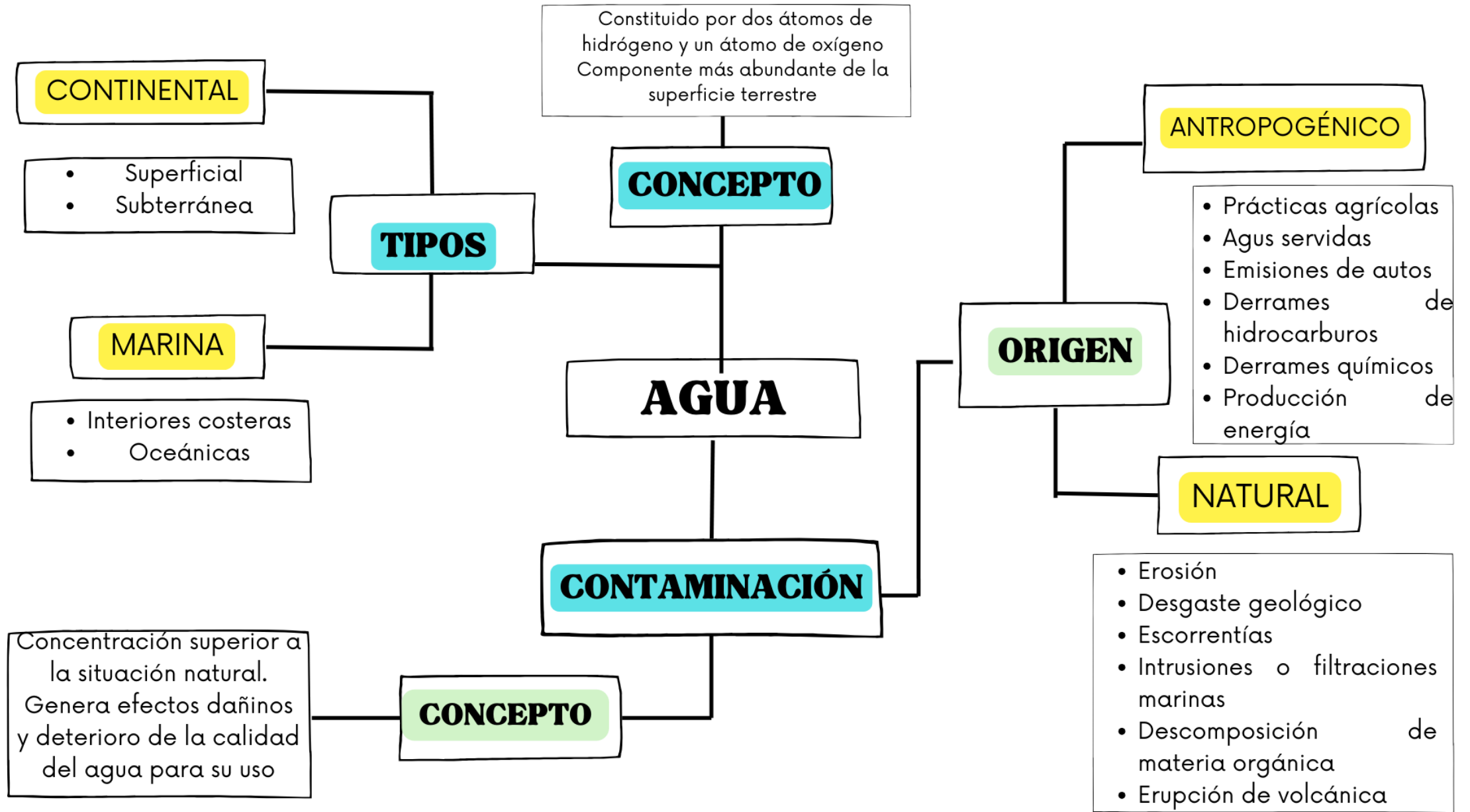
- **A1. Aguas que pueden ser potabilizadas con desinfección**
 Enténdase como aquellas aguas que, por sus características de calidad, reúnen las condiciones para ser destinadas al abastecimiento de agua para consumo humano con simple desinfección, de conformidad con la normativa vigente.
- **A2. Aguas que pueden ser potabilizadas con tratamiento convencional**
 Enténdase como aquellas aguas destinadas al abastecimiento de agua para consumo humano, sometidas a un tratamiento convencional, mediante dos o más de los siguientes procesos: Coagulación, floculación, decantación, sedimentación, y/o filtración o procesos equivalentes, incluyendo su desinfección, de conformidad con la normativa vigente.
- **A3. Aguas que pueden ser potabilizadas con tratamiento avanzado**
 Enténdase como aquellas aguas destinadas al abastecimiento de agua para consumo humano, sometidas a un tratamiento convencional que incluye procesos físicos y químicos avanzados como precloración, micro filtración, ultra filtración, nanofiltración, carbón activado, ósmosis inversa o procesos equivalentes establecidos por el sector competente.

b) Subcategoría B: Aguas superficiales destinadas para recreación
 Enténdase como aquellas aguas destinadas al uso recreativo que se ubican en zonas marino costeras o continentales. La amplitud de las zonas marino costeras es variable y comprende la franja del mar entre el límite de la tierra hasta los 500 m de la línea paralela de baja marea. La amplitud de las zonas continentales es definida por la autoridad competente.

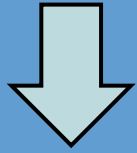
[1] <https://sinia.minam.gob.pe/normas/estandares-calidad-ambiental>

Aprueban Estándares de Calidad Ambiental (ECA) para Agua y establecen Disposiciones Complementarias





EUTROFIZACIÓN



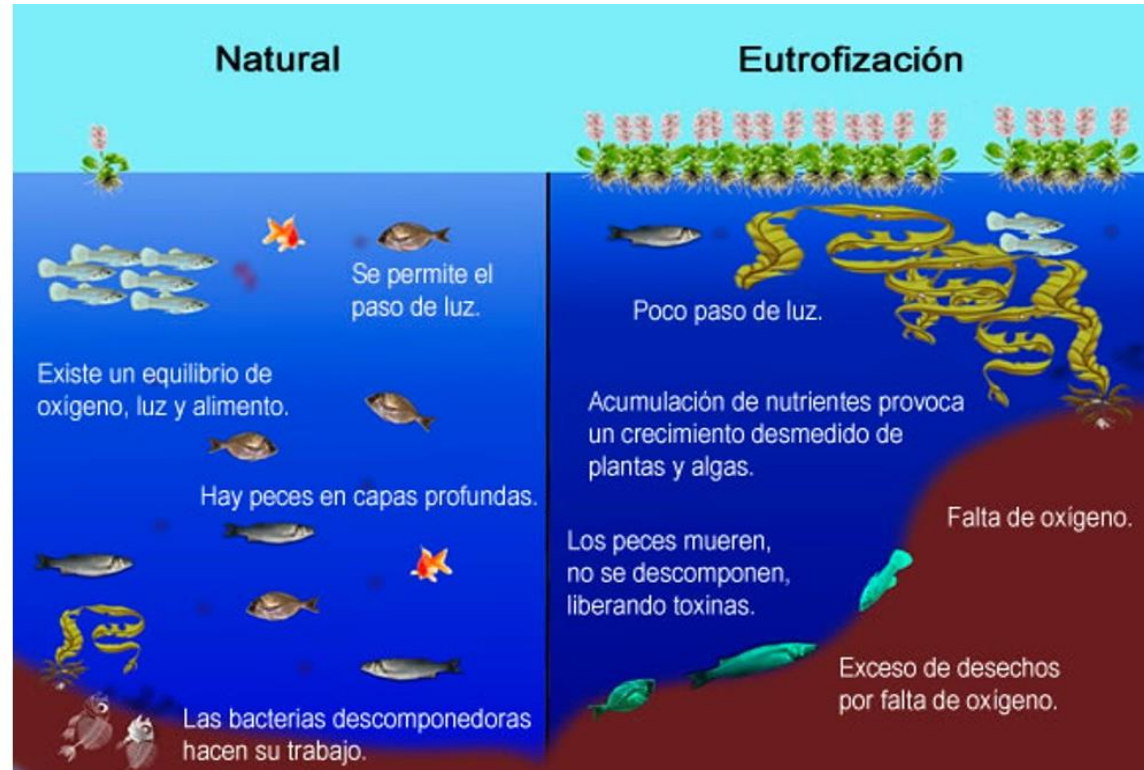
“El aumento de nutrientes en el agua, especialmente de los **compuestos de nitrógeno y/o fósforo**”.
 Definición de acuerdo a La Directiva 91/271/CEE del Consejo de la Unión Europea (1991).

Primera fase:

Proliferación de algas, enturbiamiento del agua, **impide penetración de la luz** hasta el fondo del ecosistema, muere vegetación

Segunda fase:

Crecimiento de otros microorganismos, mayor consumo de oxígeno, muerte de peces y moluscos, y proliferación de algas tóxicas y microorganismos patógenos que podrían causar enfermedades.



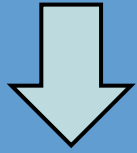
EUTROFIZACIÓN



“El aumento de nutrientes en el agua, especialmente de los **compuestos de nitrógeno y/o fósforo**”.
Definición de acuerdo a La Directiva 91/271/CEE del Consejo de la Unión Europea (1991) .



EUTROFIZACIÓN



“El **aumento de nutrientes** en el agua, especialmente de los **compuestos de nitrógeno y/o fósforo**”.

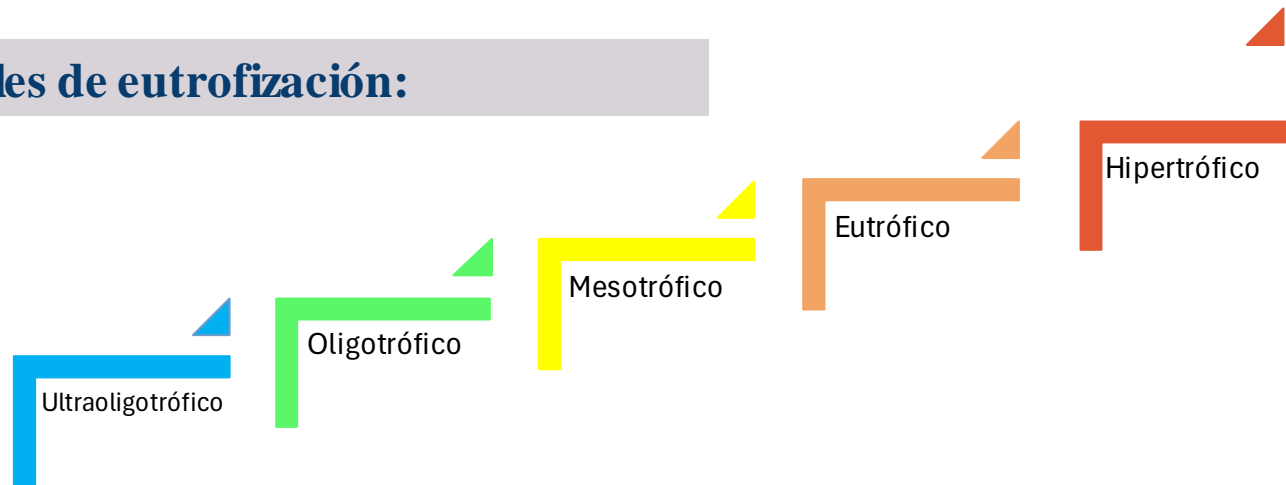
Definición de acuerdo a La Directiva 91/271/CEE del Consejo de la Unión Europea (1991) .

¿Qué se debe medir y cómo?

Existen diversas metodologías [3]:

- a) Análisis individual de variables específicas (pH, Tem, O2, nutrientes, sólidos).
- b) Comparación de las variables con la normatividad vigente, referentes internacionales.
- c) Indicadores simples (físicoquímicas/biológicos).
- d) Modelos complejos: Indicadores sintéticos, sensoramiento remoto.

Niveles de eutrofización:



EUTROFIZACIÓN

¿Qué se debe medir y cómo?

TRIX Índice trófico (TRIX)

$$= \frac{\log(chla) * |\%O_d * NID * PT + K|}{m}$$

Donde: Chla es la concentración de clorofila (ug/L), % Od es la desviación del % de oxígeno disuelto, PT es la concentración de fosforo total y NID es la concentración de nitrógeno total, m = 1.2 y k=1.5 según Vollenweider et al. (1998) [3].

CTSI Índice de estado trófico (TSI) según Carlson

$$= \frac{TSI(PT) + TSI(Chla) + TSI(DS)}{3}$$

Donde: TSI(PT) es el índice de estado trófico para el fosforo total, TSI(Chal) es el índice de estado trófico para la clorofila y TSI(DS) es el índice de estado trófico de la transparencias medido con el disco secchi.

UTI Índice de estado trófico (TSI) método universal

$$= pH + a * [100 - (\%OD + b * SAL)]$$

Donde: SAL es la salinidad del agua, % OD es el porcentaje de oxígeno disuelto, a y b parámetros asociados a la SAL y %OD.

Escalas tróficas

Ultraoligotrófico	$0 \leq TRIX \leq 4$
Oligotrófico	$4 \leq TRIX \leq 5$
Mesotrófico	$5 \leq TRIX \leq 6$
Eutrófico	$6 \leq TRIX \leq 8$
Hipereutrófico	$8 \leq TRIX \leq 10$

Oligotrófico	0 – 45
Mesotrófico	45 – 55
Eutrófico	55 – 85
Hipertrófico	86 – 100

Ultraoligotrófico	6.3 ± 0.3
Oligotrófico	7.0 ± 0.3
Mesotrófico	7.7 ± 0.3
Eutrófico	$> 8.0 \pm 0.3$

[3] Vieira Mourão, F et al. [2020]. Water quality and eutrophication in the Curuçá estuary in northern Brazil, Regional Studies in Marine Science, 39, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.rsma.2020.101450>

[4] Carlson, R. E. (1977). A trophic state index for lakes 1. Limnology and Oceanography, 22(2), 361–369. doi:10.4319/lo.1977.22.2.0361

ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VIS

El espectro electromagnético cubre un amplio rango de frecuencias, y por tanto de energías. Dentro de él, y en intervalos limitados de frecuencias, operan las diferentes técnicas espectroscópicas, dependiendo de los procesos y cambios energéticos implicados.

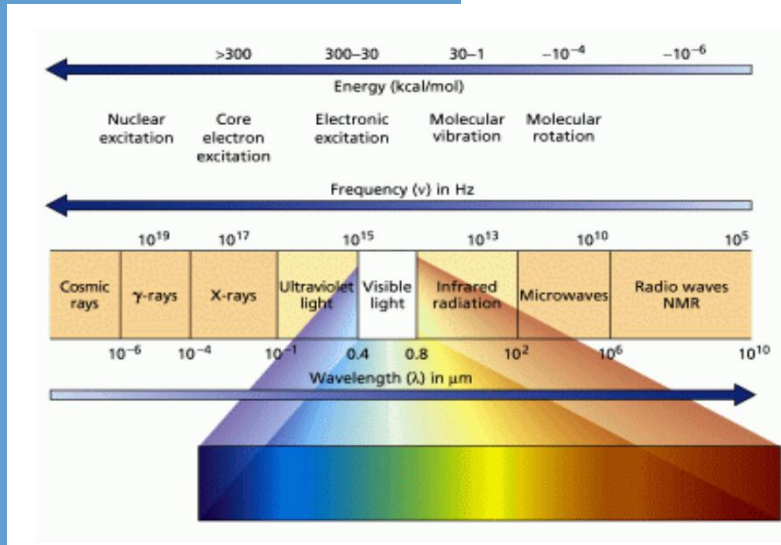


Figura 4. Espectro electromagnético

ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VIS

- La espectrofotometría UV-visible es una **técnica analítica** que permite determinar la **concentración de un compuesto en solución**.
- Se basa en que las moléculas **absorben las radiaciones electromagnéticas** y a su vez que la **cantidad de luz absorbida depende de la concentración**.
- **GRUPOS CROMÓFOROS:** Un conjunto de átomos de una molécula responsable de su **color**.
- Las sustancias coloreadas son las que absorben luz en la región visible del espectro (**380 a 750 nm**).

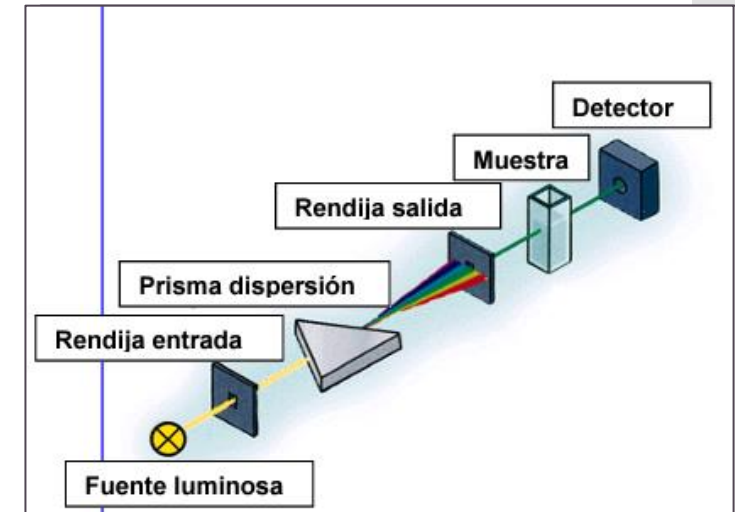


Figura 3. Instrumentación para la medición de absorbancias de la luz visible y ultravioleta: espectrofotómetro UV-visible

ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VIS

El espectro electromagnético cubre un amplio rango de frecuencias, y por tanto de energías. Dentro de él, y en intervalos limitados de frecuencias, operan las diferentes técnicas espectroscópicas, dependiendo de los procesos y cambios energéticos implicados.

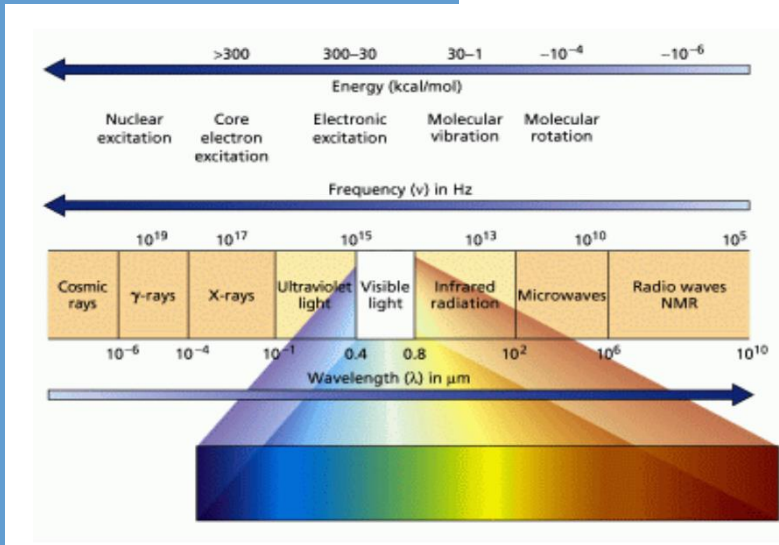


Figura 4. Espectro electromagnético

- Al interactuar la radiación electromagnética con la materia se produce absorción, siempre que la energía de la radiación coincida con la energía necesaria para que el **sistema pase a un nivel energético superior permitido**.

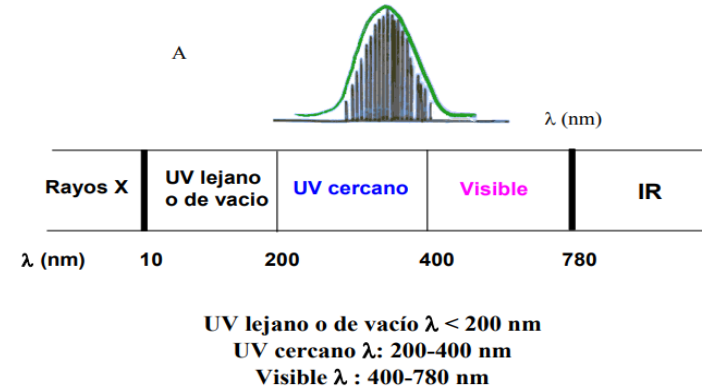


Figura 5. La apariencia de un espectro visible-ultravioleta típico y el rango de estudio.

CUANTIFICACIÓN

- La ley de Lambert que se refiere al espesor de muestra y al efecto sobre la radiación que se absorbe, y la ley de Beer que está relacionada con el efecto de la concentración de la muestra sobre la absorción.

$$A = \epsilon C b$$

Donde:

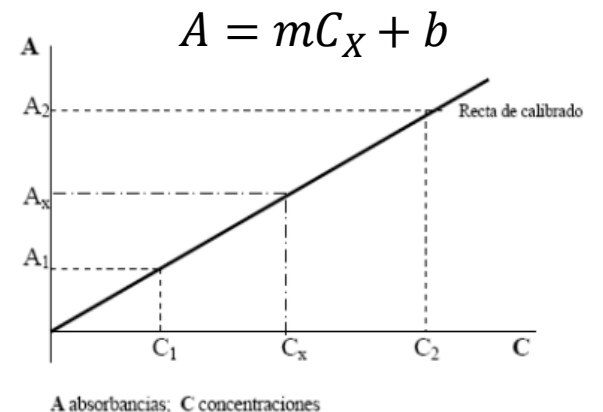
A = Absorbancia

ϵ = Coeficiente molar de extinción

b = trayectoria de la radiación (cm)

c = Concentración (g/L)

Curva de calibración



A absorbancias; C concentraciones

NTP-ISO/IEC 17025 – 2017:Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

El documento contiene requisitos que permiten a los laboratorios demostrar que operan de forma **competente** y que tienen la capacidad de generar **resultados válidos**.

NORMA TÉCNICA PERUANA NTP-ISO/IEC 17025 2017

Dirección de Normalización - INACAL
Calle Las Camelias 817, San Isidro (Lima 27)

Lima, Perú

Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

(EQV. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories)

2017-12-27
3ª Edición

Control de calidad



Control de calidad es el **conjunto de medidas o mecanismos** utilizados durante la ejecución de un **método analítico** con el objetivo de garantizar que el proceso se lleve a cabo dentro de los **parámetros de control especificados**.

Control y aseguramiento de la calidad (QC y QA)

El % de recuperación y la diferencia porcentual relativa se calculan empleando las siguientes ecuaciones:

Para el estándar:

$$\%R = \frac{C_{experimental}}{C_{teórico}} \times 100$$

Para las adiciones:

$$\%R = \frac{C_{muestras+adición} - C_{muestras}}{C_{adicionada}} \times 100$$

Para muestras o adiciones duplicadas:

$$\% DPR = \frac{|C_1 - C_2|}{\bar{X}} \times 100$$

Dónde: DPR es la diferencia de porcentaje relativa, C_1 y C_2 son las concentraciones de las muestras por duplicado y \bar{X} es el promedio de concentración de las muestras.

NTP-ISO/IEC 17025 – 2017:Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

El documento contiene requisitos que permiten a los laboratorios demostrar que operan de forma competente y que tienen la capacidad de generar resultados válidos.

NORMA TÉCNICA PERUANA NTP-ISO/IEC 17025 2017

Dirección de Normalización - INACAL
Calle Las Camelias 817, San Isidro (Lima 27)

Lima, Perú

Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

(EQV. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories)

2017-12-27
3ª Edición

Control de calidad



Control de calidad es el **conjunto de medidas o mecanismos** utilizados durante la ejecución de un **método analítico** con el objetivo de garantizar que el proceso se lleve a cabo dentro de los parámetros de control especificados

Control y aseguramiento de la calidad (QC y QA)

Control de calidad	Criterio de aceptación
Blanco del método (BK)	< LD
Estándar de control (STD)	% R: 85 - 115
Adición de estándar (ADS)	% R: 85 - 115
Adición de estándar duplicado (ADS-DUP)	% R: 85 - 115 % DPR ≤ 15
Muestra duplicada (DUP)	% DPR ≤ 15

1. CONCEPTOS Y FUNDAMENTOS

2. MUESTREO

3. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS

4. ÍNDICE DE ESTADO TRÓFICO (TSI)

5. CONCLUSIONES

PLAN DE MUESTREO

Establecer un plan de muestreo para la recolecta de las muestras.

- Identifica los puntos de muestreo (Ejm: centro de ciénaga y río Sevilla).
- Considerar los parámetros fisicoquímicos: nutrientes (nitratos, nitritos, fosfatos, N-amoniacal), N-total, P-total y clorofila a.
- Considerar controles de calidad para el muestreo como: Blanco viajero, blanco testigo de campo y duplicado de una muestra de campo.

FT - LABCAM - 78
Versión 04

PAGINA 1 DE 1 PLAN DE MUESTREO N°

Cliente: ESTADO TRÁFICO GRUPO Nº 4 Fecha diligenciamiento: _____
 Proyecto: Rta 7026 Fecha planeada de muestreo: 09/04/2024

No	Lugar de muestreo	Punto o Estación de Muestreo	In Situ pH, T°, CE, VOS Sulfito, Sulfuro	Fisicoquímicos				Clorofila	O.D. Winkler	Metales Pesados	Microbiológicos	Contaminantes Orgánicos	Otros
				NO ₂ , PO ₄ NO ₃ , NH ₄ ⁺	N-TOTAL	P-TOTAL	Clorofila						
1	CGSM	Centro Ciénaga	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
2	CGSM	Río Sevilla	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
3	CGSM	Dud - Río Sevilla	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
4	CGSM	B.V	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
5	CGSM	B.T (R)	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

Observaciones: (indicar si existió modificación al plan de muestreo original, si no fueron tomadas todas las muestras, si desaturación estaciones del sitio original, etc. y explicar)

Revisión responsable de salida: _____ Personal planeado: Andrés Adán, Besse

VoBo cliente: _____ VoBo jefe de LABCAM: _____

--- Realizar las modificaciones necesarias para incluir estaciones y parámetros
 --- Señalar con x los métodos planificados a tomar en cada estación y marcar el frente del campo a medida que se van recolectando las muestras.

Figura 1: Registro de plan de muestreo.



Figura 2: Mapa que indica la ubicación del lugar de muestreo (La Ciénega Grande de Santa Marta –Colombia).

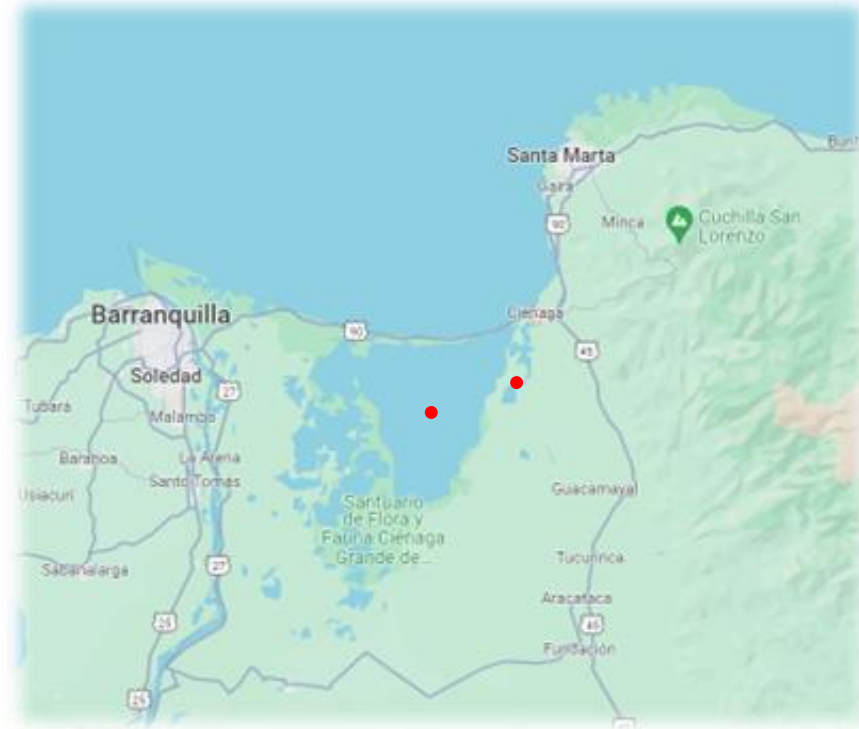


Figura 3: Ubicación de los puntos de muestreo.

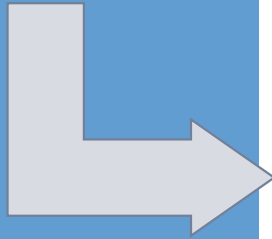
PUNTOS DE MUESTREO:

- CENTRO DE CIÉNEGA
- RÍO SEVILLA

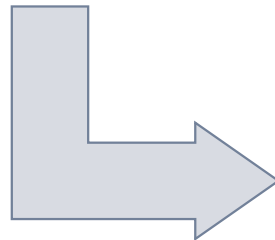
PREPARACIÓN DEL MATERIAL Y ASIGNACIÓN DE FUNCIONES

Preparar el material: Identificar y rotular las botellas de plástico blancas y las botellas de plástico ámbar (clorofila a).

- CASO EVALUADO
- 15 botellas de plástico blancas y 5 botellas de plástico ámbar



Verificar los equipos: Sonda multiparamétrica (emplear soluciones para pH, conductividad y oxígeno disuelto)



Asignar funciones al personal de muestreo: toma de datos, mediciones in situ, mediciones de campo entre otros.



Multiparamétrico MultiLine™ Multi 3630 IDS, WTW®



Figura 4. Medidor multiparamétrico MultiLine™ Multi 3630 IDS, WTW

CARACTERÍSTICAS

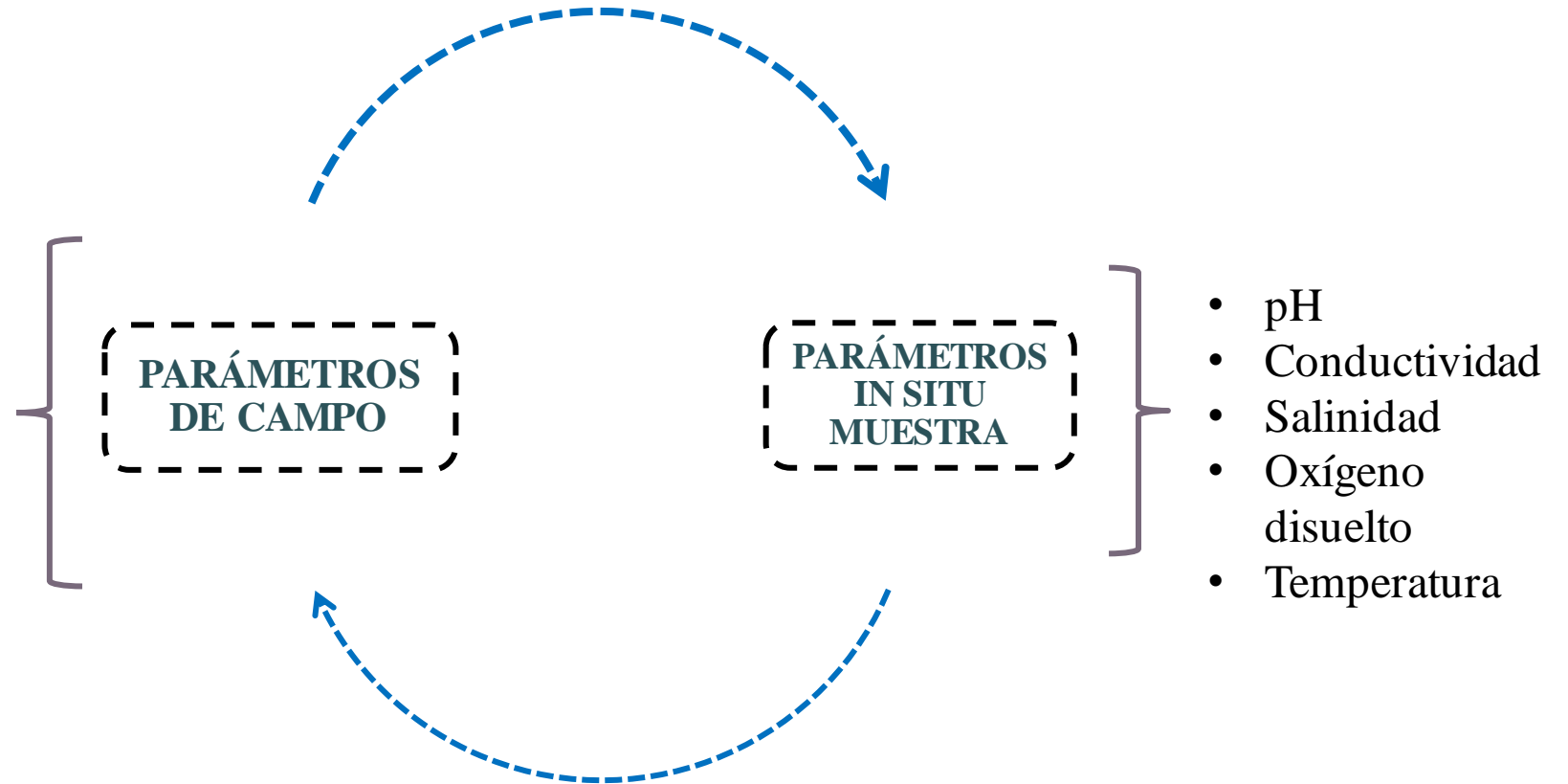
- Medición simultánea de tres parámetros – pH, redox, oxígeno disuelto, conductividad y/o turbiedad con el equipo de bolsillo digital Multi 3630 IDS
- **Listo para medición inalámbrica**
- **Tres parámetros, incluyendo medición, visualización y documentación de valores secundarios**
- **Reconocimiento digital de sensores**
- **Tres entradas de sensor con separación galvánica**
- Triple – **3 canales, 4 parámetros:** Tres canales de medición, combinación libre para parámetros idénticos o diferentes: Medición multiparamétrica simultánea sin problemas.
- Utilice también los nuevos módulos inalámbricos junto con los nuevos sensores IDS con cabezal de conexión, olvídense de los cables y realice mediciones cómodamente, incluso en sitios de difícil acceso.
- Este equipo permite trabajar con las sondas digitales multiparamétricas MPP 910 IDS y MPP 930 IDS.
- El Multi 3630 cuenta con una pantalla a color brillante y dos interfaces USB como la serie MultiLine®. Las baterías se pueden cargar directamente en el equipo. La administración activable de usuarios se puede emplear alternativamente para la identificación de sitios de medición.
- El MultiLab® Importer permite la adquisición de datos a través de Excel® así como el MultiLab® User (administración de usuarios).

Detalle	Descripción
Rangos de medición	Depende del sensor IDS correspondiente
Pantalla	Pantalla a color LCD, retroiluminada
Memoria de datos	manual 500 / 10000 automático
Canales de medición	3
Clase de protección	IP 67
Interfaces	Mini-USB-B, USB-A
Voltaje de alimentación	Fuente de alimentación variable, 4 baterías de NiMH de 1.2 V o mediante Mini USB-B

MUESTREO

PARÁMETROS DE MUESTREO

- Coordenadas del punto de muestreo
- Nubosidad
- Humedad del aire
- Temperatura del aire
- Velocidad del aire
- Dirección del viento



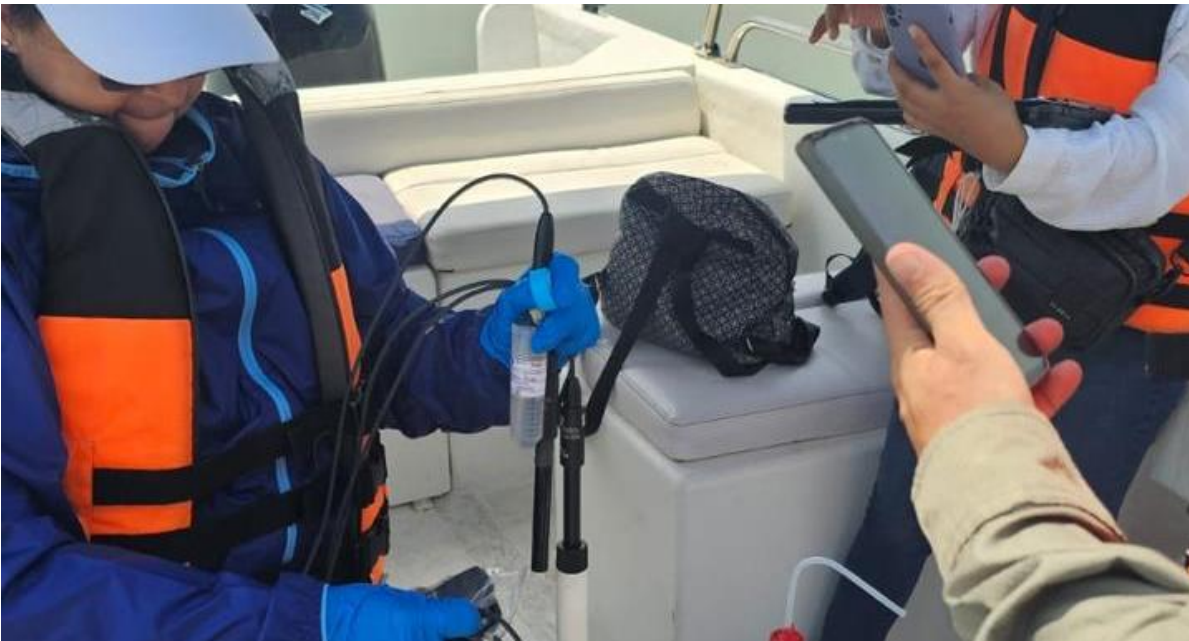


Figura5: Proceso para la recolección de muestra en Ciénega Grande de Santa Marta –Colombia).

Tabla 1: Datos de parámetros de campo.

Parámetros	Río Sevilla	Río Sevilla duplicado	Centro Ciénaga
Coordenadas (N)	10°51'51"	10°51'51"	10°51'55.2"
Coordenadas (O)	74°18'11.6"	74°18'11.6"	71°23'43.1"
Nubosidad (octas)	7/8	7/8	8/8
Humedad del aire (%)	45,8	49,3	74,3
Temperatura del aire (°C)	38,8	38,1	36,0
Velocidad del aire (%)	3,10	5,12	4,13
Dirección del viento	sur	sur	noreste
Estado del mar	Tranquilo	Tranquilo	Tranquilo
Observaciones	Amarillo-Verduzco, abundante vegetación	Amarillo-verduzco, abundante vegetación	Verduzco con espuma

Tabla 2: Datos de parámetros in-situ.

Parámetros	Río Sevilla	Río Sevilla duplicado	Centro Ciénaga
Hora Muestreo	11:55	11:55	10.48
pH	7.913	7.973	8.262
Temperatura (°C)	42.6	42.3	39.4
Conductividad (mS/cm)	35.7	35.7	42.9
Oxígeno (%)	130.3	130.4	143.3
Oxígeno (mg/L)	9.13	9.16	10.13
Salinidad	22.8	22.8	27.9
Transparencia (m)	0.32	0.27	0.335
Profundidad (m)	3.55	4.34	1.67

1. CONCEPTOS Y FUNDAMENTOS

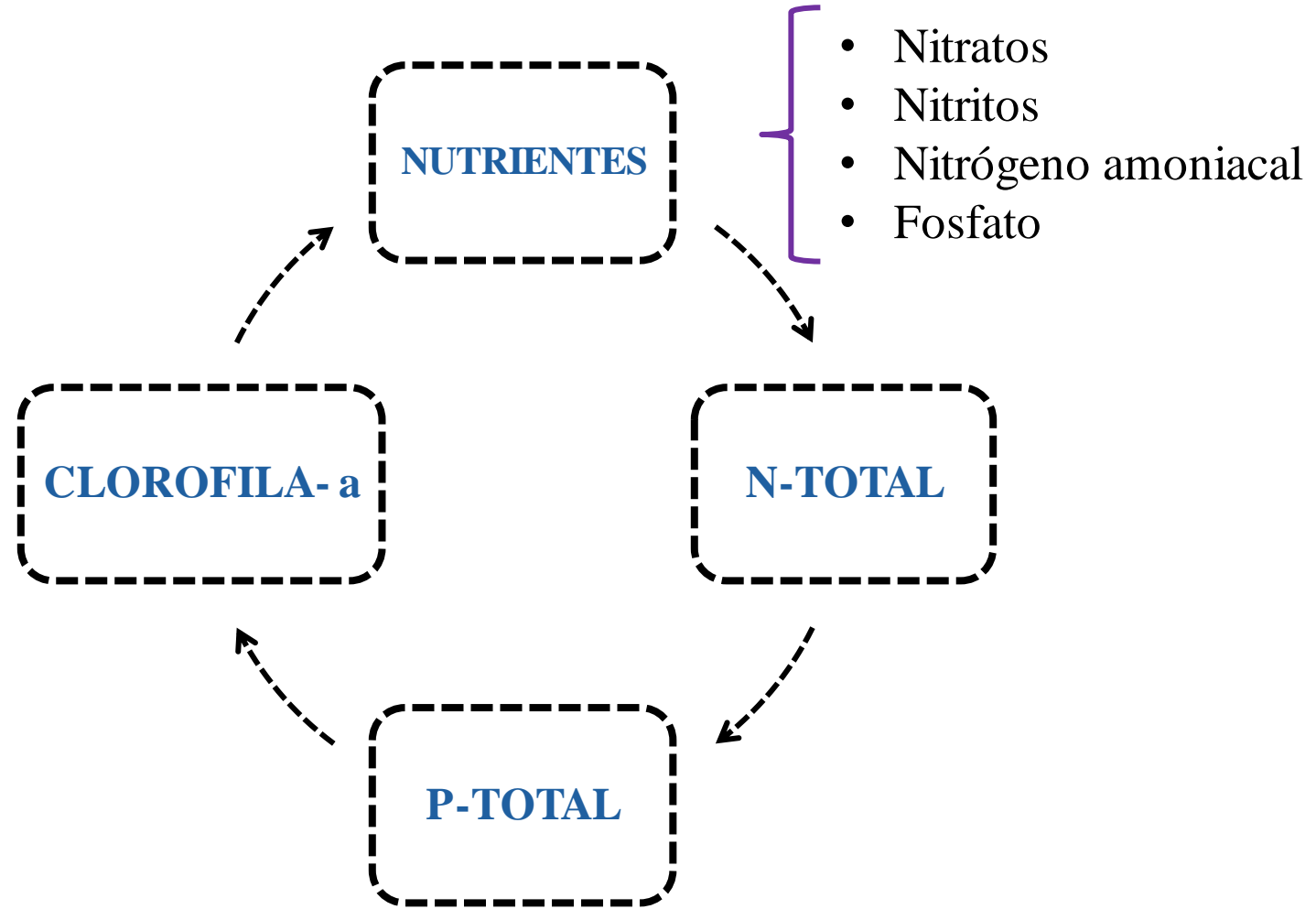
2. MUESTREO

3. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS

4. ÍNDICE DE ESTADO TRÓFICO (TSI)

5. CONCLUSIONES

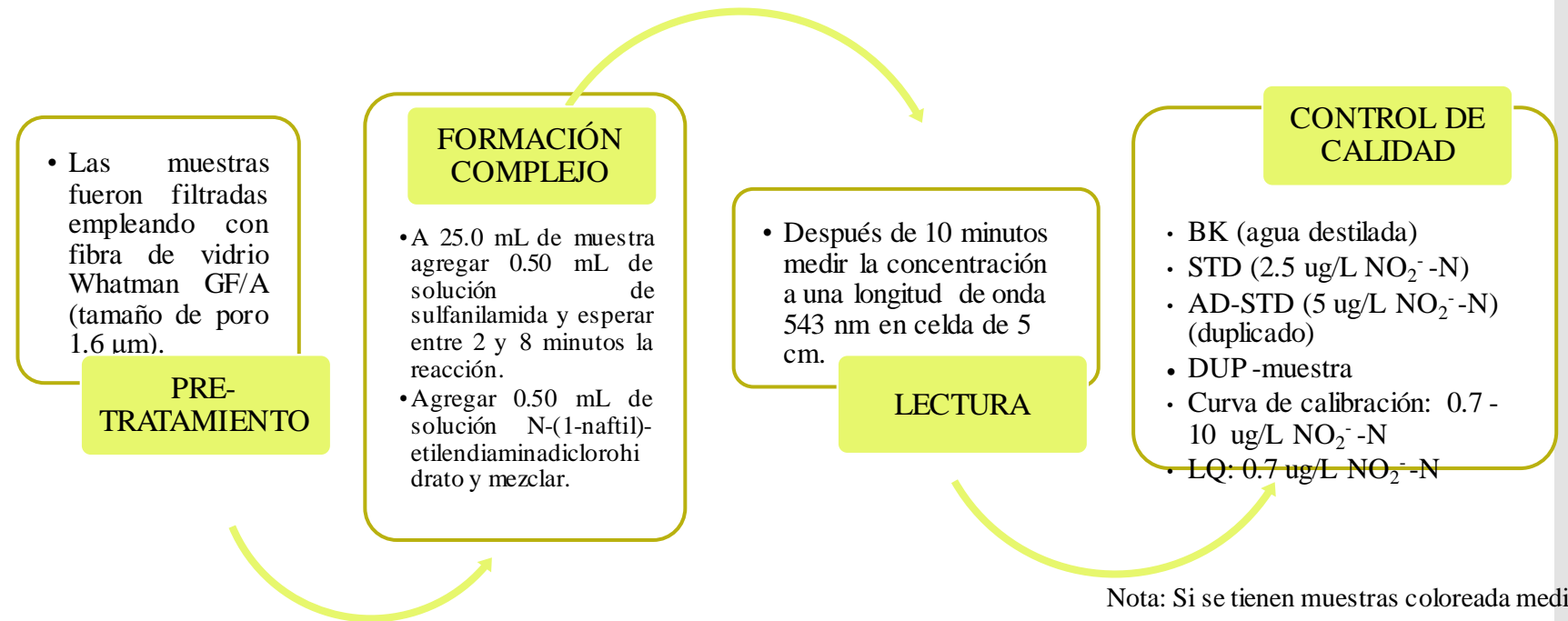
ANÁLISIS



Nitritos

PROCEDIMIENTO

- Se procedió a cuantificar los nitritos en las muestras, siguiendo la metodología SM 4500 NO₂⁻-N -B.
- El método se fundamenta en la formación de un colorante azo de color purpura rojizo por reacción de diazotación-copulación de sulfanilamida con di clorhidrato de N-(1-naftil)-etilendiamina a pH entre 2.0 y 2.5.



Nota: Si se tienen muestras coloreada medir el color de las muestras para evitar la influencia positiva de esa interferencia en la concentración del analito.

Nitratos

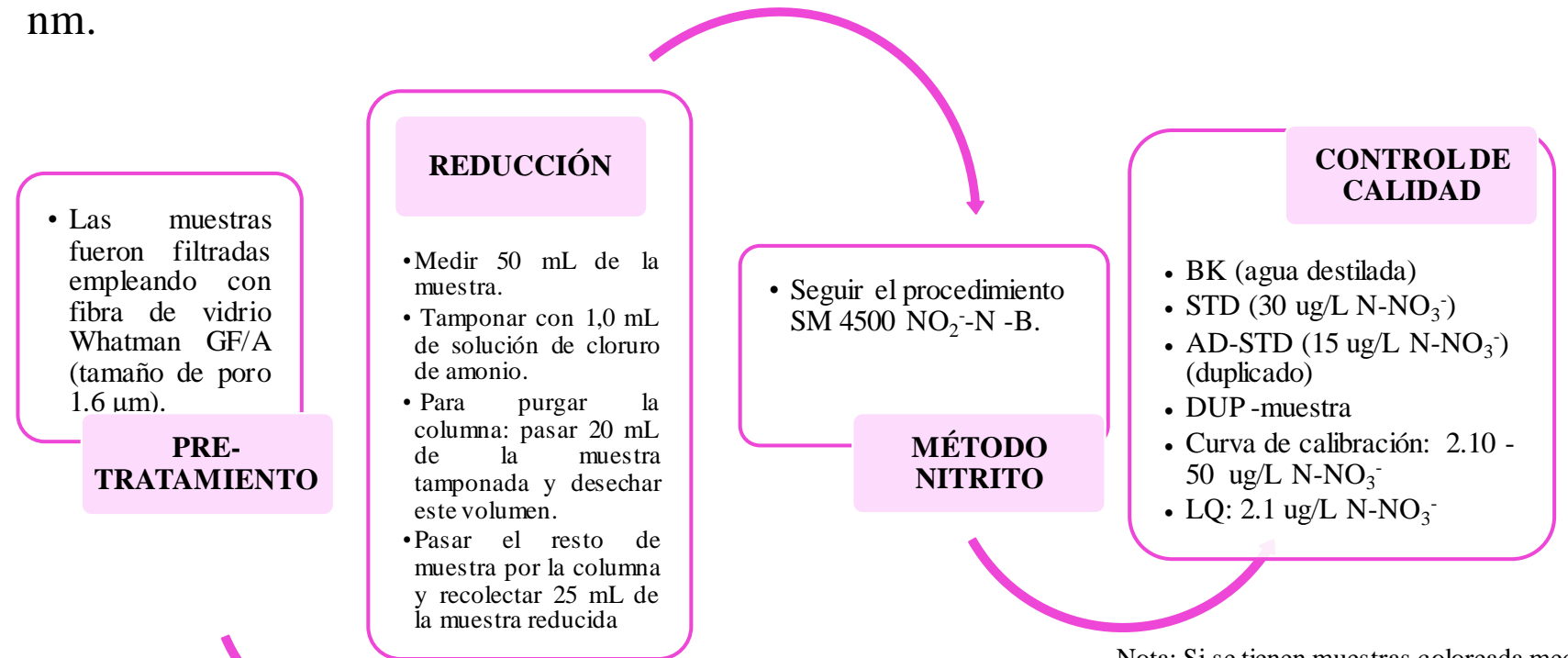
PROCEDIMIENTO

Columna

- Por cada lote de muestras (1 lote = máximo 20 muestras) verificar que el flujo de la columna de reducción (adecuado entre 8 y 12 mL/min).
- Pasar 50 mL de solución diluida de cloruro de amonio por la columna de reducción antes de pasar las muestras.



- Se procedió a cuantificar los nitratos siguiendo los lineamientos dados por Standard Methods (APHA, 2023) y Strickland y Parsons (Strickland, 1972), donde el ion nitrato se reduce cuantitativamente a nitrito al pasar la muestra por una columna con gránulos de cadmio recubierto con cobre metálico a un pH cercano a 8,5. Posteriormente el nitrito se reacciona con sulfanilamida y N-[Naftil- (1)]-etilendiamina diclorohidrato en medio ácido, lo que produce un compuesto nitrogenado de color rojo, cuya absorbancia se mide en un espectrofotómetro a 543 nm.



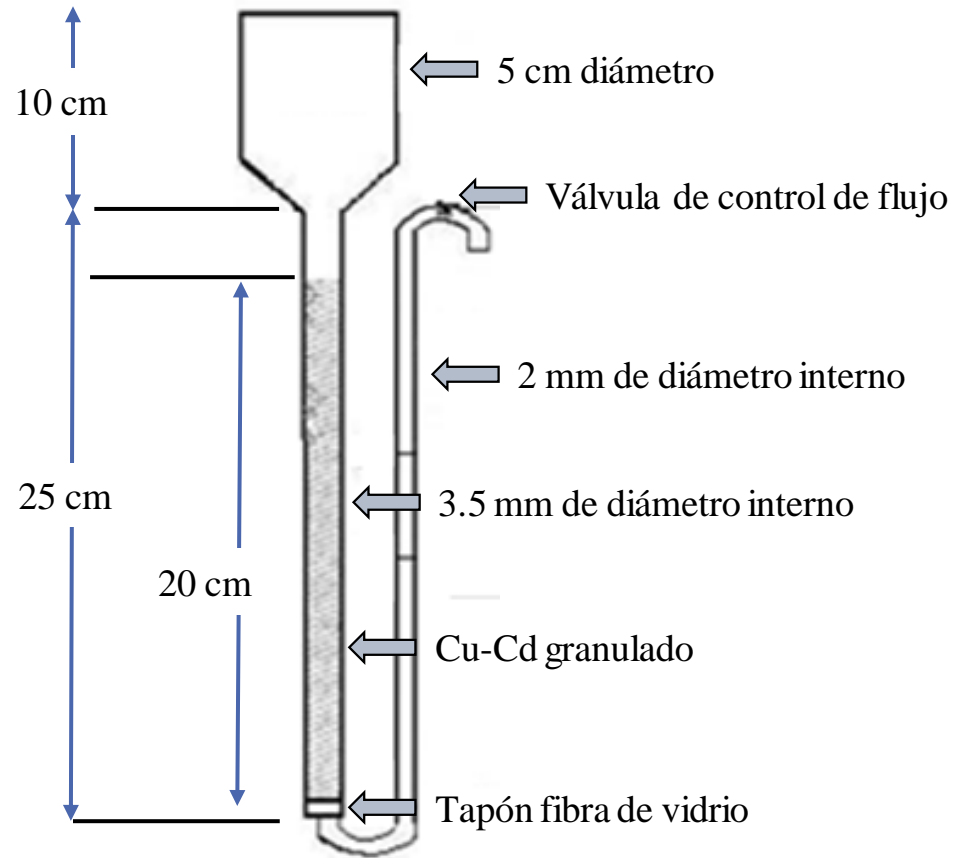
Nota: Si se tienen muestras coloreadas medir el color de las muestras para evitar la influencia positiva de esa interferencia en la concentración del analito.

Nitratos

PROCEDIMIENTO

Columna

Mezclar 100 g de Cd con una solución de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ hasta visualizar las partículas de cobre semicoloidal en el líquido. Enjuagar con agua.



Insertar la lana de vidrio en el interior y adicionarán solución de cloruro de amonio diluido y adicionar los gránulos de Cd- Cu hasta una altura de 20 cm.

Graduar la velocidad e flujo 8-12 mL/min. Lavar con cloruro de amonio diluido (50 mL)

Calcular la eficiencia de la columna (30 ug/L)

$$\% \text{Eficiencia} = \frac{N - \text{NO}_3^-}{N - \text{NO}_2^-} \times 100$$



Fosfato

PROCEDIMIENTO

- Se procedió a cuantificar el fosfato en forma de ortofosfato siguiendo la metodología SM 4500 P E.
- De acuerdo a la metodología “Método ácido ascórbico”, el molibdato amónico y el tartrato antimónico de potasio reaccionan en medio ácido con ortofosfatos para formar un heteropoliácido (ácido fosfomolibdico) que se reduce a **azul de molibdeno** intensamente coloreado por el ácido ascórbico.

- Las muestras fueron filtradas empleando con fibra de vidrio Whatman GF/A (tamaño de poro 1.6 μm).

PRE-TRATAMIENTO

FORMACIÓN COMPLEJO

- Tomar 25 mL de muestra en un vaso de 50 mL.
- Adicionar 2,5 mL del reactivo combinado y mezclar vigorosamente.

- Medir a una longitud de onda 885 nm en el intervalo de tiempo de 10 a 30 minutos.

LECTURA

CONTROL DE CALIDAD

- BK (agua destilada)
- STD (10 $\mu\text{g/L PO}_4^{3-}\text{-P}$)
- AD-STD (30 $\mu\text{g/L PO}_4^{3-}\text{-P}$) (duplicado)
- DUP -muestra
- Curva de calibración: 2 - 50 $\mu\text{g/L PO}_4^{3-}\text{-P}$
- LQ: 2 $\mu\text{g/L PO}_4^{3-}\text{-P}$



Reactivo combinado: 20 mL de solución de molibdato de amonio, 50 mL de H_2SO_4 5N, 20 mL de solución de ácido ascórbico y 10 mL de solución de tartrato de antimonio y potasio.

Nota: Si se tienen muestras coloreada medir el color de las muestras para evitar la influencia positiva de esa interferencia en la concentración del analito.

Nitrógeno amoniacal

PROCEDIMIENTO

- Las muestras fueron filtradas empleando con fibra de vidrio Whatman GF/A (tamaño de poro 1.6 μm).

PRE-TRATAMIENTO

TRATAMIENTO

- Transferir 25,0 mL de la muestra en un vaso de plástico.
- Agregar 1,0 mL del reactivo fenol y mezclar.
- Agregar 1,0 mL de solución de nitroprusiato y mezclar.
- Agregar 2,5 mL de la solución oxidante y mezclar.

VERIFICAR pH

- Verificar el pH y ajustar a $10,4 \pm 0,1$ con H_2SO_4 0,1 N o NaOH 0,1 N.
- Cerrar los viales guardarlos protegidos de la luz durante una hora a temperatura entre 20°C y 28°C .

LECTURA

- Después de 1 a 3 horas medir la concentración a una longitud de onda 640 nm en celda de 5 cm (cc bajas) o 1 cm (cc altas).

CONTROL DE CALIDAD

- BK (agua destilada)
- STD (20 $\mu\text{g/L}$ $\text{NH}_3\text{-N}$)
- AD-STD (40 $\mu\text{g/L}$ $\text{NH}_3\text{-N}$) (duplicado)
- Curva de calibración: 10 - 100 $\mu\text{g/L}$ $\text{NH}_3\text{-N}$
- DUP -muestra
- LQ: 10 $\mu\text{g/L}$ $\text{NH}_3\text{-N}$



Figura 5. Proceso de análisis de N-amoniacal.

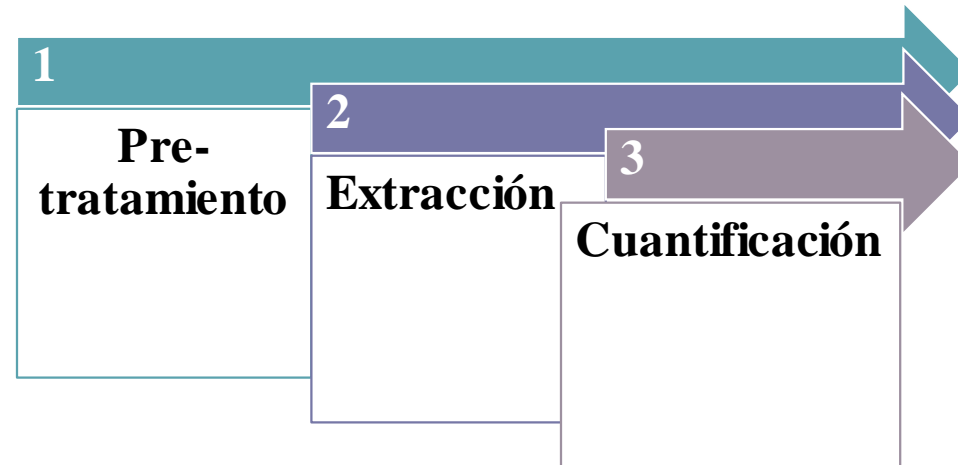
- Para determinar nitrógeno amoniacal se empleó el método de Fenol-Hipoclorito, modificado por Strickland y Parsons en 1972.
- Este método es aplicable a la determinación del Nitrógeno amoniacal en agua marina (rango de trabajo: de 10,0 $\mu\text{g N/L}$ a 10,0 mg/L) y continental superficial (rango de trabajo: 30,0 $\mu\text{g N/L}$ a 20,0 mg N/L).
- El método se basa en tomar una alícuota de agua marina o continental, la cual es tratada en un medio alcalino con hipoclorito de sodio y fenol, en presencia de Nitroprusiato de sodio que actúa como catalizador, el amoniaco presente en la muestra reacciona y se forma el complejo de **azul de indofenol** que posteriormente se mide espectrofotométricamente a 640 nm, la intensidad de la señal obtenida es proporcional a la concentración de Nitrógeno amoniacal presente en la muestra.

Nota: Si se tienen muestras coloreada medir el color de las muestras para evitar la influencia positiva de esa interferencia en la concentración del analito.

Clorofila a

PROCEDIMIENTO

- El método empleado para la cuantificación de clorofila a fue el método Lorenzen **Standard Methods 10200 H**.
- La concentración del pigmento verde fotosintético clorofila-a en aguas continentales o costeras es un indicador probado de la **abundancia y biomasa de plantas microscópicas (fitoplancton) como las algas unicelulares y cianobacterias**.



Clorofila a

1. Pre -tratamiento

Filtración de muestras



2. Extracción



Medir en una probeta un determinado volumen y filtrar con fibra de vidrio Whatman GF/F (tamaño de poro 0.7 μm) de 47 mm de diámetro.

Doblar los filtros con el filtrado hacia adentro e introducir en un tubo de centrifuga de 15 mL (forrado con papel aluminio para evitar el contacto con la luz)

Almacenar a una temperatura de 4 – 8 $^{\circ}\text{C}$

Anotar el volumen ya que será empleado en el cálculo como volumen de muestra filtrada.

Consideraciones:

- Filtros tomados de agua con pH por encima de 6.0 pueden ser almacenados en congelación y protegidos de la oscuridad hasta por 28 días antes de ser analizados.
- Filtros tomados de agua con pH inferior a 6.0 deben ser analizadas en un plazo que no supere las 6 horas después de la toma, para prevenir una posible degradación de la clorofila.
- La solución de MgCO_3 actúa como tampón de pH para evitar que la clorofila se degrade.

Sacar del congelador con la precaución de mantener protegido el tubo con el papel aluminio.

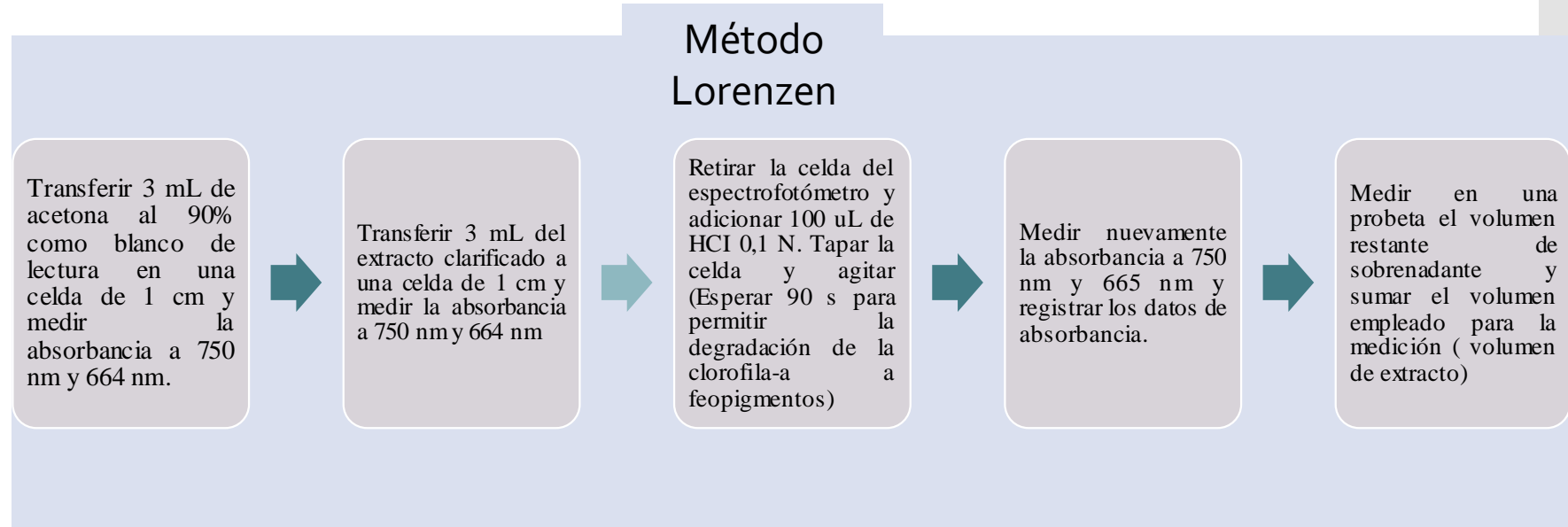
Adicionar al tubo 3,0 mL de acetona al 90 % (Macerar el filtro manualmente utilizando micro espátula luego adicionar al tubo 7mL de acetona al 90 %.

Poner el tubo en la oscuridad y bajo refrigeración (4 +2 $^{\circ}\text{C}$) por mínimo 2 horas de tal modo que se permita la extracción de la clorofila.

Centrifugar los tubos para separar el sobrenadante por 20 min a 300 rpm.

Clorofila a

3. Cuantificación de clorofila a:

**Consideraciones:**

- La absorbancia leída a **750 nm** se realiza para **corregir interferencias por turbidez**.
- Para una siguiente lectura lavar la celda con acetona para asegurarse que no queden residuos de ácido.
- Los **volúmenes de extracto y ácido, y el tiempo transcurrido tras la acidificación son críticos** para obtener resultados precisos y consistentes.
- Si la **absorbancia medida es demasiado alta (>1,000)** diluir el extracto con acetona al 90% y tener en cuenta la dilución al momento de hacer los cálculos.
- Para extractos muy diluidos, usar celdas de mayor longitud. .

Clorofila a

Cálculos

Método Lorenzen

$$\text{Clorofila a} \left(\frac{\mu\text{g}}{\text{L}} \right) = \frac{26.7 (664a - 665d) \times V_1}{V_2 \times l}$$

Dónde:

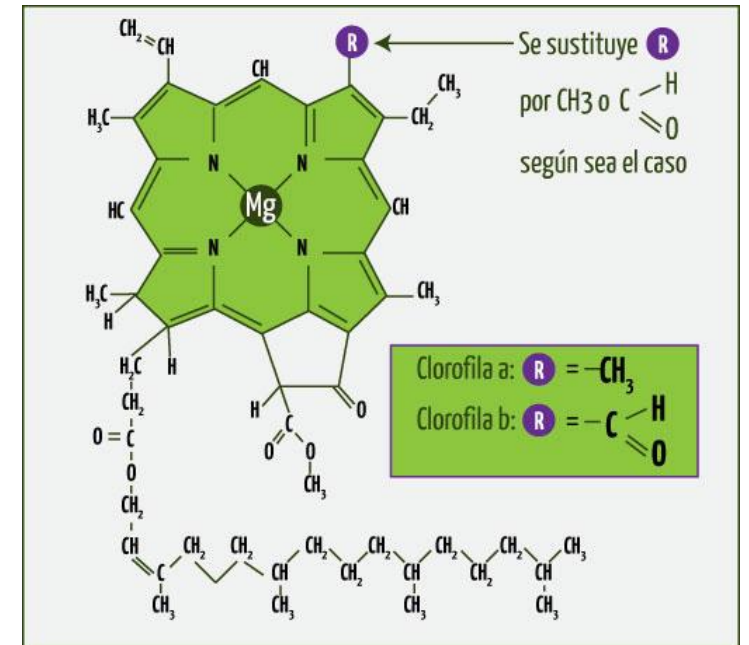
V₁: Volumen de extracto (mL).V₂: Volumen de muestra filtrada (L).

l: Trayecto óptico de la celda usada para la medición de los pigmentos (cm).

664a: Absorbancia del extracto clarificado antes de la adición del ácido.

665d: Absorbancia del extracto clarificado después de la adición del ácido.

26,7: Valor de corrección de la absorbancia (APHA, et al., 2017).



P-TOTAL

PROCEDIMIENTO

Preservar la muestra ajustando a $\text{pH} < 2$ H_2SO_4 y refrigerar. Analizar dentro de los 28 días

- Para la cuantificación de fósforo total se emplearon dos métodos uno para la digestión y el otro para la medición espectrofotométrica mediante el método ácido ascórbico: Digestión método persulfato seguido de la metodología SM-4500P-E (ORTOFOSFATO)

- Tomar 25 mL muestra (previamente acidificada)
- Adicionar 0.5 mL de H_2SO_4 30% y 0.2 g de persulfato de amonio o 0.25 g de Persulfato de potasio.
- Calentar 30 min en autoclave (98 a 137 kPa). Dejar enfriar para abrir el autoclave.
- Enfriar y agregar una gota de solución indicadora de fenolftaleína y neutralizar con NaOH 1N.

DIGESTIÓN

MÉTODO ÁCIDO ASCORBICO

- Seguir el procedimiento SM 4500 P E.

- BK (agua destilada)
- STD (200 $\mu\text{g/L PO}_4^{3-}\text{-P}$)
- AD-STD (150 $\mu\text{g/L PO}_4^{3-}\text{-P}$) (duplicado)
- DUP muestra
- Curva de calibración: 30 - 100 $\mu\text{g/L PO}_4^{3-}\text{-P}$
- LQ: 30 $\mu\text{g/L PO}_4^{3-}\text{-P}$

CONTROL DE CALIDAD

Nota: No filtrar únicamente agitar bien para tomar una alícuota para el desarrollo de color,.

Nota: Si se tienen muestras coloreada medir el color de las muestras para evitar la influencia positiva de esa interferencia en la concentración del analito.

N-TOTAL

PROCEDIMIENTO

Reactivo de digestión:
 Disolver 20,1g de Persulfato de Potasio ($K_2S_2O_8$) bajo en nitrógeno (<0.001% N) en 500 mL de agua desionizada. Adicionar 3.0 g de NaOH y completar a 1000 mL. Almacenar en una botella ámbar. (Estable por una Semana).

- El método del persulfato determina el nitrógeno total mediante la oxidación de todos los compuestos nitrogenados a nitrato. Si se requiere determinar el nitrógeno orgánico deben realizarse determinaciones adicionales de nitratos, nitritos y nitrógeno amoniacal y calcularlo por diferencia.
- Los compuestos orgánicos e inorgánicos de nitrógeno son oxidados en medio alcalino entre 100 y 110°C y convertidos a nitratos. Posteriormente el nitrógeno total es determinado mediante la cuantificación del nitrato en el digestado.

- Tomar 10 mL de muestra en tubos de vidrio de 50 mL con tapa rosca (Tubo lavado con HCL 0.1M)
- Adicionar 5 mL de solución digestora.
- Tapar los recipientes asegurando que no tengan fugas y mezclar el contenido invirtiendo dos veces el tubo.
- Introducir los frascos en la caja metálica de la autoclave.
- Calentar por un tiempo de 30 minutos a 100-110°C. Terminado el ciclo dejar enfriar por 10 min.

DIGESTIÓN

NEUTRALIZAR

- Medir el pH del digestado y adicionar 1 mL de buffer borato (Disolver 61,8 g de ácido bórico y 8,0 g de NaOH en 500 mL de agua)
- Neutralizar a un pH entre 7 y 8 (emplear NaOH 10 N y H₂SO₄ 5 N)
- Trasvasar a un balón aforado de 50 mL y aforar.

Nota: Tener en cuenta el pH obtenido después de realizar el paso anterior, ya que para realizar el método para determinación de nitratos la muestra debe estar entre pH 7 y 9.

N-TOTAL

PROCEDIMIENTO

CONTINÚA

- Seguir el procedimiento el nitrato #Standard Methods (APHA, 2023) y Strickland y Parsons (Strickland, 1972)”

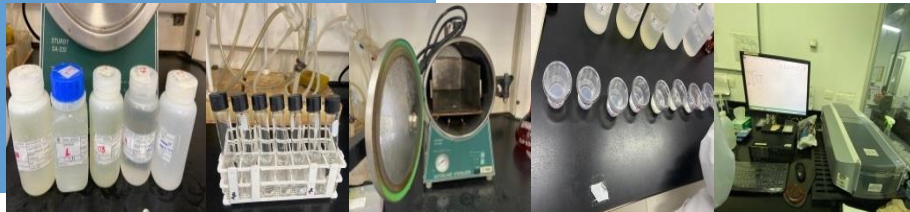
MÉTODO NITRATOS

MÉTODO NITRITOS

- Seguir el procedimiento SM 4500 NO₂⁻-N -B.

- BK (agua destilada)
- STD (200 ug/L N-total)
- AD-STD (150 ug/L N-total) (duplicado)
- DUP muestra
- Curva de calibración: 50 - 1000 ug/L N-total
- LQ: 50 ug/L N-total

CONTROL DE CALIDAD



Nota: Si se tienen muestras coloreada medir el color de las muestras para evitar la influencia positiva de esa interferencia en la concentración del analito.

Figura 6. Proceso de análisis de N-total: identificación de muestra, toma de muestra, digestión y cuantificación.

1. CONCEPTOS Y FUNDAMENTOS

2. MUESTREO

3. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS

4. ÍNDICE DE ESTADO TRÓFICO (TSI)

5. CONCLUSIONES

INDICE
TRÓFICO

TRIX

CTSI

UNIVERSAL

$$= \frac{\log_{10}(\text{Clof } a) * |\%O_d * NID * PRS + K|}{m}$$

$$= \frac{TSI(PT) + TSI(Chla) + TSI(DS)}{3}$$

$$= pH + a * [100 - (\%OD + b * SAL)]$$

Ver cálculos en Excel

[3] Vieira Mourão, F et al. [2020]. Water quality and eutrophication in the Curuçá estuary in northern Brazil, Regional Studies in Marine Science, 39, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.rsma.2020.101450>

[4] Carlson, R. E. (1977). A trophic state index for lakes I. Limnology and Oceanography, 22(2), 361–369. doi:10.4319/lo.1977.22.2.0361

1. CONCEPTOS Y FUNDAMENTOS

2. MUESTREO

3. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS

4. ÍNDICE DE ESTADO TRÓFICO (TSI)

5. CONCLUSIONES

- La eutrofización es un proceso que indica el aumento de nutrientes en el agua, especialmente de los compuestos de nitrógeno y/o fósforo. Este proceso afecta negativamente la salud de los organismos que viven en estos cuerpos de agua y altera la calidad del agua.
- Se explicaron diferentes métodos estandarizados para determinar los nutrientes (nitrito, nitrato, N-amoniaco y fosfato) , P-total, N-total y clorofila a.
- Se explicó el cálculo de índice de estado trófico mediante 3 metodologías: TRIX, CTSI y UNIVERSAL.



GRACIAS