

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2420 - 87**

**AGUA .
DETERMINACIÓN DE BORO**



TRAMITE

COMITE CT10 PRODUCTOS ALIMENTICIOS
PRESIDENTE DR GUSTAVO TORO ALAYON
SECRETARIA LIC NORMA ARIAS
SUBCOMITE CT10/SC15 AGUA POTABLE
COORDINADORA LIC OMAIRA GUAITA

PARTICIPANTES

ENTIDAD

MINISTERIO DE SANIDAD
Y ASISTENCIA SOCIAL

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRIA

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
- FACULTAD DE FARMACIA

UNIVERSIDAD SIMON RODRIGUEZ

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

UNIVERSIDAD DE LOS ANDES

CAMARA VENEZOLANA DE LA INDUSTRIA
DE ALIMENTOS

ASOCIACION AMERICANA DE SOYA

INSTITUTO NACIONAL DE NUTRICION

FONDO NACIONAL DE INVESTIGACIONES
AGROPECUARIAS

FUNDACION CIEPE

INSTITUTO NACIONAL DE OBRAS
SANITARIAS (INOS)

AGUA MINERAL EL CASTAÑO

R.M. INGENIEROS ASOCIADOS

AGUA MINERAL "AMAVENCA"

REPRESENTANTES

GUSTAVO TORO ALAYON

MARIA VICTORIA AFANADOR
MILAGROS POLANCO

MARISOL CASTILLO

FANNY CARRILLO

OMAIRA RIVERO

JOSE LUIS VIDAURRETA

PATRICIA VIT OLIVIER

MANUEL COLS PAEZ

JOSE FELIX CHAVEZ

ROSARIO CAYUELA

PILAR FLORES

LEONOR ROBLES

NINOSKA CASTILLO

MILVIA URBINA

TINA VINCELLI

MARY TARAMONA

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 10 XIII-010 Agua. Método para la toma de muestras.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta norma contempla dos métodos colorimétricos para la determinación de boro en agua.

2.2 El método de la curcumina tiene un límite mínimo de detección de $0.2 \mu\text{g}$ de boro.

2.3 El método del carmín tiene un límite mínimo de detección de $2 \mu\text{g}$ de boro. Si es necesario se practica una dilución o concentración en caliente y en medio alcalino.

3 PREPARACION Y CONSERVACION DE MUESTRAS

3.1 Las muestras de agua deberán conservarse preferentemente en botellas de polietileno o resistentes a álcalis o material de vidrio libre de boro.

4 METODO DE LA CURCUMINA

4.1 PRINCIPIO DEL ENSAYO

Cuando una muestra de agua que contiene boro se acidifica y evapora en presencia de curcumina, se forma un compuesto rojizo llamado rosocianina. La rosocianina se recoge en un solvente adecuado y el color rojo se compara con patrones, visual o fotométricamente.

4.2 EQUIPO

4.2.1 Equipo colorimétrico. Se requiere uno de los siguientes:

4.2.1.1 Espectrofotómetro, para usarlo a 540 nm , con un paso de luz mínimo de 1 cm .

4.2.1.2 Fotómetro con filtro provisto de un filtro verde que tenga un máximo de transmitancia cercano a 540 nm , con un paso de luz mínimo de 1 cm .

4.2.2 Cápsulas de evaporación de 100 a 150 ml de capacidad. de platino u otro material adecuado.

4.2.3 Baño de agua. regulado a $55 \pm 2^\circ\text{C}$.

4.2.4 Matraces volumétricos. con tapa de vidrio. de 25 y 50 ml de capacidad.

4.2.5 Columna de intercambio iónico. de 50 cm de longitud por 1.3 cm de diámetro. (ver figura 1).

4.3 REACTIVOS

Todos los reactivos deberán ser de grado analítico y las soluciones deberán prepararse con agua destilada, deionizada, libre de metales, con una conductancia específica entre 0,5 a 5 micromhos-cm máximo. Todos los reactivos deben guardarse en frascos de polietileno o libres de boro.

4.3.1 Solución de reserva de boro. Véase 5.3.8.

4.3.2 Solución patrón de boro. Véase 5.3.9.

4.3.3 Acido oxálico

4.3.4 Alcohol etílico o alcohol isopropílico 95%

4.3.5 Reactivo de curcumina. Se disuelven 40 mg de curcumina finamente molida y 5,0 g de ácido oxálico en 80 ml de alcohol etílico de 95%. Se agregan 4,2 ml de ácido clorhídrico concentrado y se lleva la solución hasta 100 ml con alcohol etílico o alcohol isopropílico al 95% en un matraz volumétrico.

Nota: Este reactivo es estable por varios días si se conserva en refrigeración.

4.3.6 Reactivos para remover cationes interferentes y alta dureza:

4.3.6.1 Resina de intercambio catiónico fuertemente acidificada.

4.3.6.2 Solución de ácido clorhídrico (1+5).

4.4 CONDICIONES DE ENSAYO

4.4.1 Interferencias

4.4.1.1 Concentraciones de $\text{NO}_3 - \text{N}$ por encima de 20 mg/l causan interferencias. Es posible obtener resultados significativamente altos cuando la dureza total cálcica y magnésica excede los 100 mg/l como CaCO_3 .

4.4.1.2 Niveles de dureza moderada también pueden causar un porcentaje de error considerable cuando la concentración de boro es baja. Estas interferencias se pueden eliminar con etanol al 95%, se filtra la solución final o se pasa la solución original a través de una columna de resina de intercambio catiónico fuertemente acidificada. Este procedimiento se puede aplicar a muestras de alta dureza o alto contenido de sodio. Los fosfatos no interfieren.

4.4.2 Se deben controlar las variables: volumen, concentración de reactivos,

tiempo y temperatura de secado. Para asegurar que los tiempos de evaporación sean iguales se usan cápsulas idénticas en forma, tamaño y composición: ya que un incremento de dichos tiempos intensifica el color resultante.

4.5 PROCEDIMIENTO

4.5.1 Curva de calibración

4.5.1.1 Se prepara una serie de patrones agregando 0; 0,25 ; 0,50; 0,75 y 1,00 μg de boro en cápsulas de evaporación. Se añade a cada patrón agua destilada hasta un volumen de 1,0 ml y 4 ml del reactivo de curcumina. Se agitan suavemente hasta mezclar completamente.

4.5.1.2 Se colocan las cápsulas en un baño de agua a $55 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 80 min (tiempo suficiente para que sequen completamente y se elimine el ácido clorhídrico).

4.5.1.3 Se dejan enfriar las cápsulas a temperatura ambiente y se añade a cada una 10 ml de alcohol etílico al 95%. Se agitan suavemente con una varilla de polietileno asegurando la disolución del producto coloreado de rojo.

4.5.1.4 Se lava el contenido de cada cápsula con alcohol etílico al 95% y se vierte en un matraz volumétrico de 25 ml, se lleva a volumen y se mezcla por inversión.

4.5.1.5 Se fija el aparato a absorbancia cero (0) con el blanco de reactivos y se lee la absorbancia de los patrones y muestras a una longitud de onda de 540 nm. La curva de calibración es lineal, de 0, a 1,0 μg de boro. Las lecturas fotométricas deben realizarse en el lapso de 1 h después de secadas las muestras.

4.5.2 Tratamiento de la muestra

4.5.2.1 Para aguas que contengan de 0,1 a 1,0 mg B/l, se usa 1 ml de muestra. Para aguas que contengan más de 1,0 mg B/l se realiza una dilución con agua destilada libre de boro, de forma tal que una porción de 1 ml contenga aproximadamente 0,5 μg de boro.

4.5.2.2 Se coloca 1,0 ml de muestra o su dilución, en una cápsula. Cuando la curva de calibración no se esté determinando al mismo tiempo que la muestra, se prepara un blanco y un patrón que contenga 0,5 μg de boro y se hacen marchar conjuntamente con la muestra.

4.5.2.3 Se continúa como en 4.5.1 comenzando con la "adición de 4 ml de reactivo de curcumina....." si la solución final presenta turbiedad, se filtra a través de papel de filtro y se lee la absorbancia.

4.5.2.4 Se calcula el contenido de boro mediante la curva de calibración.

4.5.3 Comparación visual

4.5.3.1 El método fotométrico puede ser adaptado al de la estimación visual de bajas concentraciones de boro (de 50 a 200 $\mu\text{g}/\text{l}$) como sigue:

4.5.3.1.1 Se diluye la solución patrón de boro (1 + 3) con agua destilada (1,0 ml = 0,2 μg P). Se colocan 0, 0,05; 0,1; 0,15 y 0,20 μg de boro en cápsulas

de evaporación como se indica en 4.5.1 al mismo tiempo se agrega un volumen apropiado de muestra (1 ml o una porción diluida a 1 ml) en una cápsula.

4.5.3.1.2 El boro total debe estar entre 0.05 y 0.20 μg . Se procede como en 4.5.1 comenzando con la "adición de 4 ml de reactivo de curcumina..."

4.5.3.1.3 Se compara el color de las muestras con los estándares 1 h después de secadas las muestras.

4.5.4 Remoción de cationes interferentes y alta dureza (Ver figura 1)

4.5.4.1 Se prepara una columna de intercambio iónico, se carga la columna con una resina de intercambio catiónico fuertemente acidificada, se añade agua destilada para remover la entrada de burbujas de aire. Se debe mantener la resina cubierta con líquido todo el tiempo.

4.5.4.2 Se pasa a través de la columna 50 ml de solución de ácido clorhídrico (1 + 5) a una velocidad de 0.2 ml de ácido/ml de resina en la columna/minuto y se lava la columna libre de ácido, con agua destilada.

4.5.4.3 Se colocan 25 ml de muestra o una pequeña cantidad de muestra de alta concentración diluida a 25 ml. en la resina de la columna. Se ajusta la velocidad del flujo a 2 gotas/s y se recoge el efluente en un matraz volumétrico de 50 ml. Se lava la columna con una pequeña porción de agua destilada y se lleva a volumen. Se mezcla y se transfieren 2 ml en una cápsula, se añaden 4 ml del reactivo de curcumina y se sigue como en 4.5.1.

4.6 EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de boro en la muestra se expresa en miligramos por litro (partes por millón) y se calcula de la siguiente manera:

$$\text{mg/l de B} = \frac{A_2 \times C}{A_1 \times S}$$

Donde:

A_2 = Absorbancia de la muestra.

A_1 = Absorbancia del patrón.

C = microgramos de boro en el patrón.

S = mililitros de muestra.

4.7 INFORME

El informe del ensayo deberá indicar como mínimo lo siguiente:

4.7.1 Ensayo realizado según la Norma Venezolana COVENIN: 2420. Método

4.7.2 Fecha en la cual se realizó el ensayo.

4.7.3 Identificación de la muestra

4.7.4 Resultados del ensayo.

4.7.5 Observaciones.

5 METODO DEL CARMIN

5.1 PRINCIPIO DEL ENSAYO

En la presencia de boro, una solución de carmin o ácido carmínico en ácido sulfúrico concentrado cambia de un color rojo brillante a **rojo azulado** o azul, dependiendo de la concentración de boro presente.

5.2 EQUIPO

5.2.1 Equipo colorimétrico. Se requiere uno de los siguientes:

5.2.1.1 Espectrofotómetro, para usarlo a 585 nm, provisto de un paso de luz mínimo de 1 cm.

5.2.1.2 Fotómetro con filtro, con un máximo de transmitancia cercano a 585 nm provisto de un paso de luz mínimo de 1 cm y equipado con un filtro naranja, con un máximo de transmitancia cercano a 585 nm.

5.2.2 Matraces aforados de polietileno

5.3 REACTIVOS

Todos los reactivos deberán ser de grado analítico y las soluciones deberán prepararse con agua destilada, deionizada, libre de metales, con una conductancia específica entre 0,5 a 5 micromhos-cm máximo. Todos los reactivos deberán almacenarse en recipientes de polietileno o libres de boro.

5.3.1 Acido sulfúrico concentrado, H_2SO_4 (d = 1,83)

5.3.2 Solución de hidróxido de sodio

5.3.3 Acido clorhídrico concentrado

5.3.4 Solución de ácido clorhídrico (1 + 11)

5.3.5 Reactivo de carmin (1+1). Se disuelven 920 mg de carmin o ácido carmínico en 1 l de ácido sulfúrico concentrado. Si no se logra obtener el cero en el espectrofotómetro, se diluye el reactivo de Carmin (1+1) con ácido sulfúrico concentrado.

5.3.6 Solución de hidróxido de sodio 1N

5.3.7 Acido bórico recristalizado anhidro, H_3BO_3

5.3.8 Solución de reserva de boro. Se disuelven 571.6 mg de ácido bórico anhidro en agua destilada y se diluye a 1000 ml (1.00 ml = 100 µg B). Se conserva en botellas de polietileno.

5.3.9 Solución patrón de boro. Se diluyen 10.00 ml de solución de reserva de boro a 1000 ml con agua destilada (1.00 ml = 1 00 μ g B).

5.4 CONDICIONES DE ENSAYO

5.4.1 Interferencias

Los iones más comúnmente encontrados en el agua no causan interferencias en este método.

5.5 PROCEDIMIENTO

5.5.1 Tratamiento preliminar de la muestra

5.5.1.1 Si la muestra contiene menos de 1 mg/l de boro, se transfiere con pipeta una porción que contenga de 2 a 20 μ g de boro a una capsula de platino, se alcaliniza con solución de hidróxido de sodio 1N mas un ligero exceso y se evapora a sequedad sobre un baño de vapor o de agua caliente. Si es necesario, cualquier material orgánico se destruye por incineración a 500-550 °C.

5.5.1.2 Se acidifica el residuo enfriado (incinerado o no) con 2,5 ml de solución de ácido clorhídrico (1+11) y se remueve con un policia de goma para disolverlo. Se centrifuga si es necesario obtener una solución clara.

5.5.1.3 Se transfiere con pipeta 2,00 ml del concentrado claro a un frasco pequeño o a tubos de ensayo de 30 ml. El blanco de reactivos se trata en igual forma.

5.5.2 Desarrollo del color

5.5.2.1 Se prepara una serie de soluciones patrón de boro (100,250,500,750 y 1000 μ g) en 100 ml con agua destilada. Se transfiere con pipeta 2,00 ml de cada solución patrón a frascos pequeños o tubos de ensayo de 30 ml.

5.5.2.2 Se sigue exactamente el mismo procedimiento que para la muestra, con el blanco y los patrones de calibración. Se agregan 2 gotas (0,1 ml) de ácido clorhídrico concentrado a cada uno de ellos, luego cuidadosamente se introducen 10,0 ml de ácido sulfúrico concentrado, se mezclan y se dejan enfriar a temperatura ambiente. Se agregan 10,0 ml de reactivo de carmín, se mezcla bien y luego de 45 a 60 min se mide la absorbancia a 585 nm en una celda con un paso de luz de 1 cm, usando el blanco como referencia. Se elabora la curva de calibración.

5.5.2.3 Para evitar errores, debe asegurarse que no haya burbujas de aire presentes en la celda óptica mientras se hacen las lecturas fotométricas. Las burbujas pueden aparecer como resultado de mezcla incompleta de los reactivos.

5.5.2.4 Debido a que el reactivo de carmín se deteriora, la curva de calibración debe verificarse diariamente.

5.6 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

El contenido de boro en la muestra se expresa en miligramos por litro y se calcula mediante la siguiente expresión:

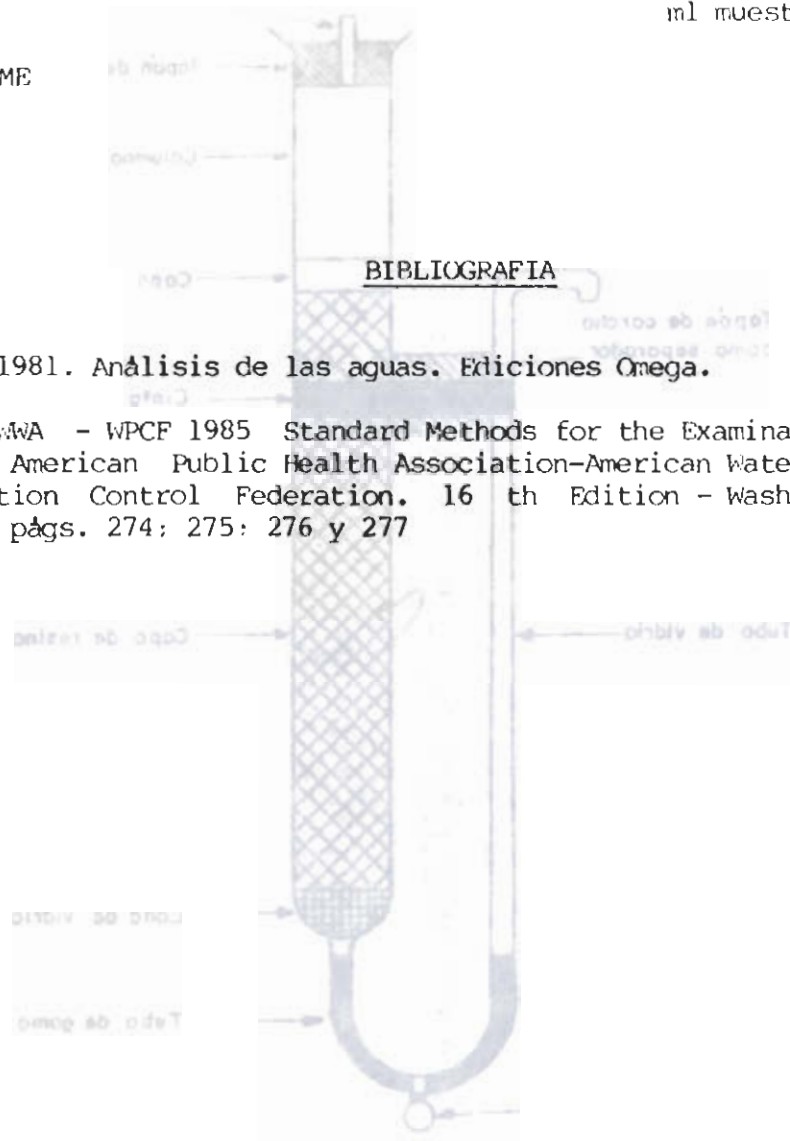
$$\text{mg/l Boro} = \frac{\mu\text{g Boro (en aprox. 22 ml de volumen final)}}{\text{ml muestra}}$$

5.7 INFORME

Véase 4.7.

BIBLIOGRAFIA

- J RODIER 1981. *Análisis de las aguas*. Ediciones Omega.
- APHA - AWWA - WPCF 1985 *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. American Public Health Association-American Water Works Association-Water Pollution Control Federation. 16 th Edition - Washington D.C. Sección 404-A: 404-B págs. 274; 275; 276 y 277



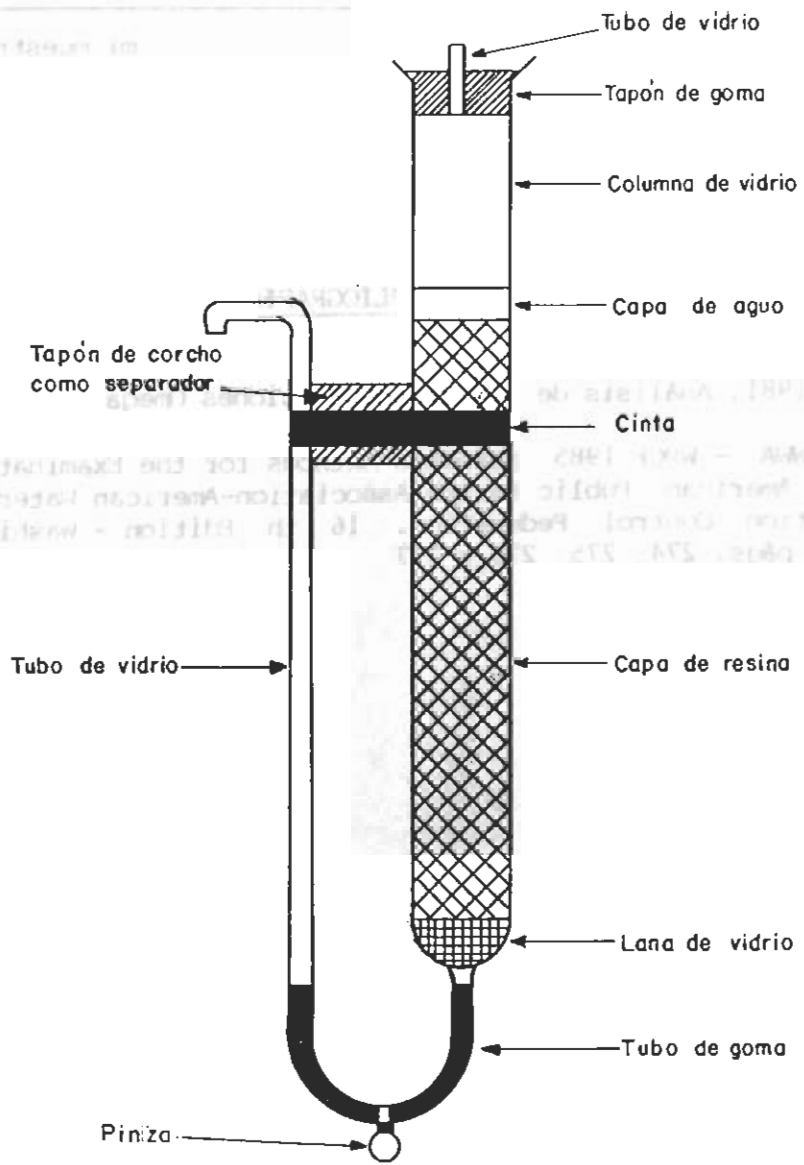


Fig. 1

COLUMNA DE INTERCAMBIO IONICO

COVENIN
2420 - 87

CATEGORIA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Tel. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12

CARACAS

publicación de



CDU: 628.1.543.3:
546.27

ISBN 980-06-0103-1

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
