

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2686-90**

**AGUA POTABLE.
DETERMINACION DE FENOLES.**



TRAMITE

COMITE CT10: PRODUCTOS ALIMENTICIOS
PRESIDENTE: DRA. FANNY CARRILLO DE PADILLA
SECRETARIA: LIC. GISELA PADRON
SUBCOMITE CT10/SC15: AGUA POTABLE
COORDINADORA: LIC. MARIA TERESA SACCUCCI

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

MINISTERIO DE SANIDAD Y
ASISTENCIA SOCIAL

MILENA AMUNDARAY
ROSA DE GOMEZ

MINISTERIO DEL AMBIENTE Y DE LOS
RECURSOS NATURALES RENOVABLES
(DIVISION DE INVESTIGACION AMBIENTAL)

ANGEL LOPEZ

INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE

MARIA V. AFANADOR
MILAGROS POLANCO
BETSI BASTARDO

INSTITUTO NACIONAL DE OBRAS SANITARIAS (INOS)

LUIS URGELLES
NINOSKA CASTILLO

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE FARMACIA

FANNY CARRILLO DE
PADILLA

UNIVERSIDAD SIMON RODRIGUEZ

OMAIRA RIVERO

UNIVERSIDAD SIMON BOLIVAR

MARISA GUERRA

FEDERACION NACIONAL DE AVICULTURA DE VENEZUELA (FENAVI)

DOMINGO FRANCISCO

B.M. INGENIEROS

SONIA DOS SANTOS

AMAVENCA

MARIO ARNIAS

LOS ALPES - EL CASTAÑO - EL SAMAN

MILVIA URBINA

CERVECERIA POLAR

TRIMITE

RAINER HAAG

INLACA

INSTRUMENTAL

WILLIAM BLANCO

INDULAC

INDUSTRIAL

MIROSLAVA MORLES

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

DISCUSION PUBLICA

INDUSTRIAL

FECHA DE ENVIO: 25-09-89

DURACION: 45 DIAS

INDUSTRIAL

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 01-03-90

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 04-04-90

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

INDUSTRIAL

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 2614-89 Agua potable. Toma de muestras.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Venezolana establece el método de ensayo aplicable en agua potable, para la determinación de fenoles en rangos de concentración superiores a 1 μ g/l.

3 DEFINICIONES

COMPUESTOS FENOLICOS

Son moléculas orgánicas hidroxiderivadas del benceno y de sus núcleos condensados.

4 RESUMEN DEL ENSAYO

El método se basa en la reacción de las sustancias fenólicas con 4-amino antipirina en presencia de ferricianuro de potasio a pH $7,9 \pm 0,1$ para formar un compuesto coloreado que es extraído de la solución acuosa mediante cloroformo. La intensidad del color es función de la concentración de los compuestos fenólicos y se mide en unidades de absorbancia a 460 nm.

5 EQUIPO

- 5.1 Aparato de destilación con condensador Graham (de vidrio borosilicato).
- 5.2 Embudos de separación provistos de llaves y tapas de teflón.
- 5.3 Espectrofotómetro para medir a una longitud de onda de 460 nm.
- 5.4 Potenciómetro.
- 5.5 Material de vidrio de uso común en el laboratorio.

6 MATERIALES Y REACTIVOS

Todos los reactivos a utilizar deben ser de grado analítico y las soluciones deben ser preparadas con agua destilada, libre de fenol y de cloro, recién hervida y enfriada.

6.1 SOLUCION PATRON DE FENOL

Se disuelve en un balón aforado de 1 litro, 1,0 g de fenol en agua destilada completando hasta la marca de aforo. En esta solución, 1 ml equivale a 1 mg de fenol.

6.2 SOLUCION INTERMEDIA DE FENOL

Se mezclan en un balón aforado de 1 litro, 10 ml de la solución obtenida en 6.1 con agua destilada en cantidad suficiente para llegar a la marca de aforo.

1 ml equivale a 10 μ g de fenol.

6.3 SOLUCION DE TRABAJO DE FENOL

Se mezclan en un balón aforado de 500 ml, 50 ml de la solución obtenida de 6.2 con agua destilada hasta la marca de aforo. Esta solución debe prepararse máximo dos horas antes de su uso.

1 ml equivale a 1 μ g de fenol.

6.4 SOLUCION DE HIDROXIDO DE AMONIO (NH₄OH) 0,5 N

Se diluyen 35 ml de NH₄OH concentrado y se lleva a 1000 ml con agua destilada.

6.5 SOLUCION DE 4 AMINO-ANTIPIRINA

Se disuelven 2,0 g de 4 amino-antipirina en agua destilada diluyendo hasta 100 ml en un balón aforado. Esta solución debe prepararse diariamente.

6.6 SOLUCION BUFFER DE FOSFATO

Se disuelven 104,5 g de K₂HPO₄ y 72,3 g de KH₂PO₄ en agua destilada diluyendo hasta 1000 ml en un balón aforado. Debe tenerse la precaución de mantener el pH a 6,8.

6.7 SOLUCION DE FERRICIANURO DE POTASIO K₃Fe (CN)₆

Se disuelven 8,0 g de K₃Fe (CN)₆ en agua destilada llevando a un volumen final de 100 ml. Se filtra y almacena en envase ámbar. Esta solución es estable durante 1 semana.

6.8 CLOROFORMO CHCl₃ DE GRADO ANALITICO

6.9 SULFATO DE SODIO Na₂SO₄ ANHIDRO

6.10 SOLUCION DE SULFATO DE COBRE

Se disuelve 1 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y se diluyen a 1000 ml.

6.11 INDICADOR ANARANJADO DE METILO

6.12 ACIDO SULFURICO (H_2SO_4) 1N

6.13 CLORURO DE SODIO (NaCl), cristales

6.14 HIDROXIDO DE SODIO (NaOH) 2,5 N

6.15 ACIDO FOSFORICO

7 CONSIDERACIONES GENERALES

7.1 Dado que las concentraciones de los compuestos fenólicos son impredecibles en algunos casos, no es posible señalar un patrón universal que contenga una mezcla de fenoles. Por esta razón, se emplea el fenol $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ como patrón para los procedimientos colorimétricos y cualquier color producido por la reacción de otros compuestos fenólicos se indica como fenol. Este valor representa la mínima concentración de compuestos fenólicos presentes en la muestra.

7.2 Se debe añadir 1g/l de sulfato de cobre a la muestra y acidificar hasta pH 4 con ácido fosfórico con el objeto de evitar la posible degradación biológica. Las muestras deben refrigerarse a 4°C y analizarse dentro de las 24 horas posteriores a su captación.

7.3 Las interferencias ocasionadas por la presencia de sulfuro de hidrógeno (H_2S) y de dióxido de azufre (SO_2) en las muestras, se evitan con la acidificación a $\text{pH} \leq 4$ con ácido fosfórico y aireando o agitando la muestra.

7.4 La interferencia causada por agentes oxidantes tales como el cloro y aquellos resultantes en la liberación del iodo por acidificación en presencia de yoduro de potasio (KI), se elimina con la adición de un exceso de sulfato ferroso (FeSO_4) inmediatamente después de la captación de la muestra. Si los agentes oxidantes no son removidos, los compuestos fenólicos se oxidarán parcialmente y los resultados serán menores.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 DESTILACION

8.1.1 Se miden en un beaker 500 ml de la muestra a analizar, obtenida según el método descrito en la Norma Venezolana COVENIN 2614 y conservada según se indica en 7.2.

8.1.2 Se transfiere la muestra al aparato de destilación y se destila un volumen de 450 ml. En cuanto cese la ebullición, se añaden 50 ml de agua destilada tibia para reanudar la destilación hasta obtener un volumen final de 500 ml.

8.1.3 En caso de obtener un destilado claro, se procede según 8.2.1. Si en cambio se obtiene un destilado turbio, se acidifica nuevamente a pH 4 con H_3PO_4 y se destila según 8.1.2. Si este segundo destilado es todavía turbio, se procede como en 8.1.4.

8.1.4 Se acidifican 500 ml de la muestra original con H_2SO_4 1N utilizando naranja de metilo como indicador. Se transfiere la muestra a un embudo de separación. Se añaden 150 g de NaCl y se agita sucesivamente con 5 porciones de cloroformo de 40 ml la primera porción y de 25 ml cada una de las porciones siguientes. Se transfiere la capa de cloroformo a un segundo embudo de separación y se agita con tres porciones de NaOH 2,5 N utilizando 4 ml en la primera porción y 3,0 ml en cada una de las porciones siguientes. Finalmente, se combinan todos los extractos alcalinos, se calienta sobre un baño de vapor de agua hasta la completa remoción del cloroformo. Se enfría y se diluye hasta un volumen final de 500 ml con agua destilada. Para la destilación, se procede como en 8.1.2.

8.2 EXTRACCION CON CLOROFORMO

8.2.1 En caso de que la muestra contenga menos de 100 $\mu g/l$ de fenol, se debe tomar un volumen de 500 ml. (Valor de B de la fórmula).

8.2.2 En caso de que la concentración de fenol en la muestra sea mayor de 100 $\mu g/l$ se debe diluir una alícuota apropiada hasta un volumen final de 500 ml, de manera tal que la concentración final de fenoles no sobrepase 100 $\mu g/l$ (valor B de la fórmula).

8.2.3 Se prepara por separado un blanco con 500 ml de agua destilada y una serie de diluciones a partir del estándar (ver punto 6.3) conteniendo 5, 10, 20, 30, 40 y 50 μg de fenol en 500 ml, para elaborar la curva de calibración.

8.2.4 Las muestras, el blanco y las diluciones se tratan como se indica a continuación:

8.2.4.1 Se añaden 12,0 ml de NH_4OH 0,5N y se ajusta el pH a 7,9 con el buffer fosfato (se requiere aproximadamente 10 ml).

8.2.4.2 Se transfiere a un embudo de separación de 1000 ml, se añade 3,0 ml de la solución 4 amino-antipirina y se mezcla bien. Se adicionan 3,0 ml de $K_3Fe(CN)_6$ y se deja reposar por 3 minutos con el objeto de que se desarrolle el color. La solución debe ser clara y amarillenta.

8.2.4.3 Se extrae con cloroformo usando 25 ml para celdas entre 1 cm a 5 cm y 50 ml para celdas de 10 cm, se agita al menos 10 veces y se deja en reposo hasta obtener la capa en forma nítida. Se agita de nuevo 10 veces, se dejan separar las capas y se filtran los extractos de cloroformo a través de un papel de filtro que contenga 5 g de Na_2SO_4 anhidro.

8.2.4.4 Finalmente se recogen los extractos secos en las celdas limpias, no añadiendo más cloroformo.

8.3 Se toman las lecturas de absorbancia de las diluciones del estándar y de las muestras contra el blanco a 460 nm. Se construye la curva de calibración graficando absorbancia vs. concentración de fenol de las diluciones y en función de ello se calcula la concentración en la muestra.

9 EXPRESION DE RESULTADOS

Se determina la concentración de fenoles en microgramos por litro obtenidos de la curva de calibración y haciendo uso de la siguiente fórmula:

$$F = \frac{A \times 1000}{B}$$

Donde:

F = microgramos de fenol por litro.

A = microgramos de fenol en la muestra tomada de la curva de calibración.

B = mililitros de la muestra original.

10 INFORME

El informe del ensayo deberá indicar como mínimo lo siguiente:

10.1 FECHA DEL ENSAYO

10.2 IDENTIFICACION COMPLETA DE LA MUESTRA

10.3 RESULTADOS DEL ANALISIS REALIZADO

10.4 NUMERO Y TITULO DE LA NORMA VENEZOLANA COVENIN UTILIZADA

10.5 NOMBRE DEL ANALISTA

10.6 OBSERVACIONES

BIBLIOGRAFIA

- Standard methods for the examination of water and wastewater, 25 th. pag. 510. 1980.
- Methods for chemical analysis of water and wastewater US. Environmental Protection Agency 1979.

COVENIN
2686-90

CATEGORIA
B

COMISION VENEZOLANA
DE NORMAS INDUSTRIALES MINISTERIO DE FOMENTO
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12
CARACAS

publicación de:



CDU 628.033:547.56

ISBN 980 - 06 - 0557 - 6

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
