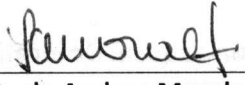
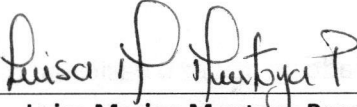
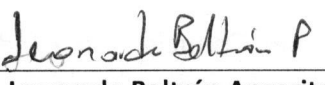




SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 1 de 21	

INSTRUCTIVO DE pH

ELABORADO POR:	REVISADO POR:	APROBADO POR:
		
Paola Andrea Morales Torres Laboratorista de Agua	Luisa Marina Montoya Posada Técnico de Calidad de agua	Leonardo Beltrán Angarita Coordinador de Laboratorio
Fecha: 2024-07-10	Fecha: 2024-07-11	Fecha: 2024-07-12



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 2 de 21	

1. OBJETIVO

Describir los pasos para la medición del PH en muestras de agua cruda y tratada de los laboratorios de agua de Serviciudad ESP, utilizando un medidor de pH (pH-metro). Además de asegurar la precisión y reproducibilidad de los resultados de pH.

2. ALCANCE Y RESPONSABLES

2.1. ALCANCE

Este instructivo es aplicable a todas las muestras de agua cruda y tratada, que requieran análisis de pH en los Laboratorios de Agua de la Planta de Tratamiento de Serviciudad ESP. Dirigido a todo el personal del laboratorio involucrado en la toma de muestras, preparación y análisis de pH.

2.2. RESPONSABLES

Los responsables del documento son: el coordinador del Laboratorio, quien se encarga de la aprobación final y de asegurar la correcta implementación del instructivo; el Técnico de Calidad, encargado de supervisar la aplicación del instructivo y verificar controles de calidad para toma de decisiones; y todos los colaboradores del laboratorio, quienes deben seguir el instructivo establecido y participar activamente en la medición del pH y llevara a cabo todos los controles de calidad.

3. DEFINICIONES

pH: Coeficiente que indica el grado de acidez o basicidad de una solución acuosa. Determina la concentración de iones hidrógeno presentes en determinadas soluciones.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 3 de 21	

4. GENERALIDADES

La medición del pH es una de las pruebas más importantes y frecuentes utilizadas en la química del agua. Prácticamente todas las fases del suministro de agua (por ejemplo, la neutralización ácido-base, la amortiguación del agua, la precipitación, la coagulación, la desinfección y el control de la corrosión) dependen del pH. El pH se utiliza en las mediciones de alcalinidad y dióxido de carbono, así como en muchos otros equilibrios ácido-base. A una temperatura determinada, la intensidad del carácter ácido o básico de una solución se indica mediante la actividad del pH o iones de hidrógeno.

La alcalinidad y la acidez representan las capacidades de acidez, basicidad y neutralización del agua, y por lo general se expresan como miligramos de CaCO₃ por litro. La capacidad tampón es la cantidad de ácido o base fuerte, generalmente expresada en moles por litro, necesaria para cambiar el valor de pH de una muestra de 1L en 1 unidad. El pH, según lo definido por Sorenson, es $-\log[H^+]$, un factor de "intensidad" de acidez. El agua pura está ligeramente ionizada y en equilibrio con el producto iónico es:

$$[H^+][OH^-] = Kw = 10,1 \times 10^{-14} \text{ a } 25^\circ\text{C} \quad (1)$$

y

$$[H^+] = [OH^-] = 1.005 \times 10^{-7}$$

Dónde:

$[H^+]$ = actividad de iones de hidrógeno, moles/L,

$[OH^-]$ = actividad de iones hidroxilo, moles/L, y

Kw = producto iónico de agua.

Debido a las interacciones iónicas en todas las soluciones, incluso en las muy diluidas, es necesario utilizar la "actividad" de un ion y no su concentración molar. El uso del término



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 4 de 21	

pH supone la actividad del ion hidrógeno, a H⁺, que se está considerando. El equivalente a la molaridad, [H⁺], sólo se puede presumir en soluciones muy diluidas (resistencia iónica <0.1).

Una escala logarítmica es conveniente para expresar una amplia gama de actividades iónicas. La ecuación (1) logarítmica, corregida para reflejar la actividad, es:

$$(-\log_{10} a_{H^+}) + (-\log_{10} a_{OH^-}) = 14 \quad (2)$$

$$pH + pOH = pKw$$

Dónde:

a = actividad

p = $-\log_{10}$ de un número

pH = $(-\log_{10} a_{H^+})$ y

pOH = $(-\log_{10} a_{OH^-})$

La ecuación (2) establece que, a medida que el pH aumenta, el pOH disminuye correspondientemente y viceversa, porque pKw es constante para una temperatura dada. A 25 °C, un pH de 7.0 es neutro, las actividades de los iones de hidrógeno e hidroxilo son iguales y corresponden a una actividad aproximada de 10^{-7} moles/L. El punto neutro depende de la temperatura es: pH 7.5 a 0 °C y pH 6.5 a 60 °C. El valor de pH de una solución altamente diluida es aproximadamente el mismo que la concentración de iones de hidrógeno.

Las aguas naturales suelen tener valores de pH en el rango de 4 a 9, y la mayoría son ligeramente básicas debido a la presencia de bicarbonatos y carbonatos de metales provenientes de la tierra, los cuales son alcalinos.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 5 de 21	

4.1. SELECCIÓN DEL MÉTODO

Para los laboratorios de agua de Serviciudad E.S.P., el pH de la muestra se determina utilizando el método electrométrico según SM: 4500-H⁺ -A-B.

4.2. TOMA, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LAS MUESTRAS

La muestra puede ser recolectada en un recipiente de plástico o vidrio totalmente limpio y libre de cualquier sustancia que pueda afectar el valor del pH, como residuos de ácidos, bases u otras sustancias.

Se debe realizar una agitación magnética suave hasta que el equipo establezca la medición correspondiente. Se recomienda realizar la medición inmediatamente después de tomar la muestra; de no ser posible, no se debe tardar más de 0.25 horas para su determinación.

4.3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método de la medida del pH electrométrico se basa en la determinación de la actividad de los iones de hidrógeno medidos potenciométricamente utilizando un electrodo estándar de hidrógeno y un electrodo de referencia. El electrodo de hidrógeno consiste en un electrodo de platino a través del cual se hace burbujear gas hidrógeno a una presión de 101 kPa. Debido a la dificultad en su uso y el potencial tóxico del electrodo de hidrógeno, se utiliza comúnmente el electrodo de vidrio. La fuerza electromotriz (fem) producida en el sistema de electrodos de vidrio varía linealmente con el pH. Esta relación lineal se describe trazando la fem medida contra el pH de diferentes soluciones buffers. El pH de la muestra se determina por extrapolación.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 6 de 21	

Debido a que las actividades de iones individuales, tales como a_{H^+} no se pueden medir, el pH se define operativamente en una escala potenciométrica. El instrumento de medición de pH se calibra potenciométricamente con un electrodo indicador (vidrio) y un electrodo de referencia, utilizando soluciones buffers que son trazables al SI a través del Instituto Nacional de Metrología (INM), como es el Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST), de tal manera:

$$pH_B = (-\log_{10} a_{H^+})$$

Dónde:

pH_B = pH asignado del buffer NIST.

La escala de pH operativa se utiliza para medir el pH de la muestra y se define como:

$$pH_x = pH_B \pm \frac{F(E_x - E_s)}{2.303 RT}$$

Dónde:

pH_x = pH de la muestra medida potenciométricamente

F = Faraday: 9.649×10^4 coulomb/moles,

E_x = fem de la muestra (V),

E_s = fem del buffer (V),

R = constante de gas; 8.314 joule/(moles K), y

T = La temperatura absoluta, (K).

Nota: Aunque en la ecuación para el pH_x aparece en la literatura con un signo positivo, el signo de lecturas fem en milivoltios para la mayoría de los medidores de pH fabricados en



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 7 de 21	

los Estados Unidos es negativo. La elección del signo negativo es coherente con el Convenio de Estocolmo de la IUPAC sobre el signo del potencial de los electrodos.

La escala de actividad, da valores superiores a los de la escala de Sorenson en 0,04 unidades:

$$pH(\text{actividad}) = pH(\text{sorneson}) + 0.04$$

La ecuación para pH_x supone que el fem de las celdas que contienen la muestra y el buffer se debe únicamente a la actividad de iones de hidrógeno y no es afectada por la composición de la muestra. En la práctica, las muestras tienen diferentes especies y fuerzas iónicas, las cuales afectan la actividad H^+ . Esto implica una limitación experimental en la medición del pH. Si las diferencias entre E_x y E_s son mínimas, entonces el resultado obtenido es significativo. Las muestras deben ser soluciones acuosas diluidas de solutos simples (<0.2 M). La determinación del pH no puede realizarse con precisión en medios no acuosos, suspensiones, coloides o soluciones de alta resistencia iónica.

4.4. INTERFERENCIAS

El electrodo de vidrio está relativamente libre de interferencias de color, turbidez, materia coloidal, oxidantes, reductores o alta salinidad, excepto por un error de sodio a $pH > 10$. Para reducir este error, utilice electrodos especiales de "bajo error de sodio".

Las mediciones de pH se ven afectadas por la temperatura de dos maneras: efectos mecánicos, causados por cambios en las propiedades de los electrodos, y efectos químicos, causados por cambios de equilibrio. En primer lugar, la pendiente de Nernst aumenta con



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 8 de 21	

el incremento de la temperatura y los electrodos tardan tiempo en alcanzar el equilibrio. Esto puede causar una variación en la medida del pH. Debido a que el equilibrio químico afecta al pH, los buffers de pH estándar tienen un pH específico a temperaturas indicadas. Siempre reporte la temperatura a la que se mide el pH.

4.5. CONTROL DE CALIDAD

Verificación del instrumento: Se realiza la verificación y mantenimiento del instrumento de acuerdo con las instrucciones y recomendaciones del fabricante. La verificación se lleva a cabo diariamente utilizando estándares primarios trazables de pH 4.0 y 7.0 y/o 10. Se verifica que el valor de la pendiente esté comprendido entre 95 % y 101%. Finalmente, se realiza una confirmación con un estándar de pH 7.0 de segunda fuente. Todos los valores se registran en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, verificando los límites de alerta establecidos ($\pm 2\delta$) y ($\pm 3\delta$).

Duplicados de la muestra: Se selecciona aleatoriamente de las muestras de rutina, una para ser analizada dos veces. Se deberá incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz al día o con un lote máximo de 20 o menos muestras. El % RPD se calcula y se registra el valor en el formato STLABFO-016 Gráficos de control, en donde no deberá exceder de los límites de (+ 2δ) y (+ 3δ).

4.6. SEGURIDAD LABORAL

Es necesario utilizar implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el Manual de Higiene y Seguridad Laboral STMH-01. Esto incluye bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro mixto de vapores ácidos y orgánicos, y guantes de caucho, según la actividad realizada.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 9 de 21	

Durante la recolección de residuos, estos deben ser depositados en recipientes de plástico adecuados y rotulados para su posterior recolección y disposición final a cargo de una empresa externa.

4.7. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

4.7.1. EQUIPOS

Medidor de pH: El medidor de pH consta de un potenciómetro, un electrodo de vidrio, un electrodo de referencia y un dispositivo de compensación de temperatura. Un circuito se completa a través del potenciómetro cuando los electrodos se sumergen en la solución de prueba.

Para la rutina de trabajo, se utiliza un medidor de pH preciso y reproducible con una precisión de 0.1 unidades de pH y un rango de 0 a 14, equipado con ajuste de compensación de temperatura (manual o automático).

Durante la calibración de la mayoría de los instrumentos, se ajustan dos controles: interceptación (ajuste del buffer, asimetría, estandarización) y pendiente (compensación de temperatura). Sus funciones se muestran de forma diagramática en las figuras 1 y 2. El control de interceptación desplaza la curva de respuesta lateralmente para que pase por el punto isopotencial sin cambiar la pendiente. Esto ajusta el instrumento a escala (0 mV) con un búfer de pH 7, asegurando que no haya cambios en el potencial con la temperatura.

SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 10 de 21	

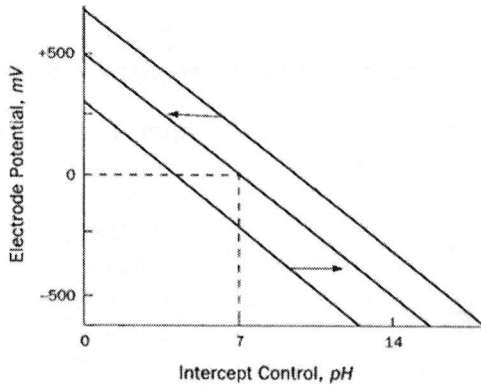


Figura 1. Potencial electrodo vs pH. El control de la interceptación desplaza la curva de respuesta lateralmente

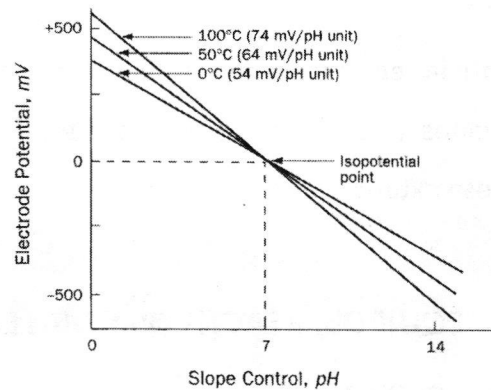


Figura 2. Respuesta típica del electrodo de pH en función de la temperatura

Electrodo de referencia: Consiste en una celda que proporciona un potencial constante de electrodo. La celda puede ser un electrodo separado o puede estar combinada con un electrodo de vidrio.

La unión de fluidos del electrodo de referencia es crítica porque en este punto el electrodo forma un puente salino con la muestra o buffer, generando un potencial de unión de fluidos que puede afectar el potencial producido por el electrodo de referencia. Las uniones de los electrodos de referencia están hechas de un material poroso y están disponibles en muchos diseños. Estas uniones pueden obstruirse o funcionar mal si no se mantienen adecuadamente. Es importante seguir las recomendaciones del fabricante sobre la elección, uso y cuidado del electrodo de referencia.

Rellene los electrodos no sellados con el electrolito correcto hasta el nivel adecuado y asegúrese de que la unión de fluidos esté correctamente humedecida.

Electrodo de vidrio: El sensor del electrodo es un bulbo de vidrio especial que contiene una concentración fija de una solución interna de referencia en contacto con un electrodo interno de referencia.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 11 de 21	

Después de sumergir un nuevo electrodo en una solución, la superficie exterior del bulbo se hidrata e intercambia cationes por iones de hidrógeno para formar una capa superficial de iones hidrógeno. Esto, junto con la repulsión de aniones por sitios fijos de silicato cargados negativamente, genera en la interfaz vidrio-solución un potencial que depende de la actividad de los iones hidrógeno en la solución.

Existen varios tipos de electrodos de vidrio disponibles. Los electrodos combinados integran el electrodo de vidrio y el electrodo de referencia en una sola sonda. Muchos electrodos de vidrio modernos están diseñados con fórmulas que reducen el error alcalino en soluciones de pH alto. Antes de seleccionar un electrodo, es importante revisar el rango de pH recomendado por el fabricante.

Compensación de Temperatura: La compensación de temperatura corrige el efecto de la variación de temperatura en la pendiente de calibración del electrodo de vidrio. Sin embargo, los cambios en el pH de la muestra debido a la temperatura en la química de la muestra no son corregidos por esta compensación. La compensación de temperatura puede ser manual o automática.

La compensación manual se logra midiendo la temperatura de una muestra o un buffer estándar e ingresando esa temperatura medida en el medidor. En contraste, la compensación automática de temperatura se logra mediante el uso de un dispositivo de compensación de temperatura (TCD), el cual puede estar incorporado dentro del electrodo o ser una sonda separada que se usa junto con los electrodos de pH.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 12 de 21	

4.7.2. REACTIVOS

Calibre los electrodos utilizando soluciones buffer estándar de pH conocido que abarquen el rango de pH esperado de las muestras.

Las soluciones tampón pueden deteriorarse debido al crecimiento de moho, evaporación, absorción de dióxido de carbono, exposición a temperaturas extremas o contaminación. Es importante manipular y almacenar los buffers con cuidado. Estos tampoco deben ser dejados abiertos por mucho tiempo.

Para el análisis de rutina, es recomendable utilizar tabletas, polvos o soluciones tampón disponibles comercialmente y de calidad aprobada. Para asegurar la trazabilidad metrológica, se deben utilizar buffers provenientes de un Instituto Nacional de Metrología (NMI) o de un proveedor de material de referencia acreditado según ISO 17034:2016. Estos buffers típicamente tienen valores de pH de 4, 7 y 10.

Guarde los reactivos preparados en frascos preferiblemente de tereftalato de polietileno (PET) para protegerlos del aire y manténgalos cerrados cuando no estén en uso. Descarte el buffer después de su uso, o cuando no cumpla con los criterios establecidos al verificar la pendiente de calibración del electrodo relacionado en la siguiente tabla:

Tabla 1: Valores recomendados de la pendiente de calibración

Pendiente %	20°C	25°C	Estado de calibración
	1 unidad de pH (mV/unidades de pH)	1 unidad de pH (mV/unidades de pH)	
>102	>59,3	>60,3	Pobre



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 13 de 21	

Pendiente %	20°C	25°C	Estado de calibración
	1 unidad de pH (mV/unidades de pH)	1 unidad de pH (mV/unidades de pH)	
102	59,3	60,3	Buena
101	58,8	59,8	Muy Buena
100	58,2	59,2	Ideal
99	57,6	58,6	Muy Buena
98	57	58	Muy Buena
97	56,4	57,4	Muy Buena
96	55,8	56,8	Muy Buena
95	55,3	56,2	Muy Buena
94	54,7	55,6	Buena
93	54,1	55	Buena
92	53,5	54,4	Buena
<92	<53,5	<54,4	Pobre

No sumerja el electrodo en el recipiente de almacenamiento del tampón ni devuelva el tampón usado nuevamente a la botella. La absorción de dióxido de carbono atmosférico en soluciones alcalinas, como pH 10 o superior, puede alterar el pH del tampón. Una vez preparado el tampón alcalino o abierto un nuevo frasco, su vida útil es limitada. Descarte cualquier tampón si muestra cambios en su apariencia, como sedimentación o presencia de moho.

Cuando se requiera trazabilidad, adquiera materiales de referencia trazables y siga las instrucciones del certificado correspondiente. Por ejemplo, para preparar estándares de pH trazables al Instituto Nacional de Estándares y Tecnología (NIST), compre un material de referencia estándar del NIST u otro material de referencia certificado (MRC) de un proveedor acreditado, y prepare los estándares de pH según las especificaciones del certificado asociado.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 14 de 21	

En los Laboratorios de agua de Serviciudad ESP, se verifican diariamente los electrodos con soluciones buffer estándar de pH conocido con trazabilidad al NIST y se evalúa la pendiente según los criterios establecidos en la tabla 1, para asegurar el correcto funcionamiento del equipo.

4.7.3. MATERIALES

Beakers Use preferiblemente vasos de precipitados de tereftalato de polietileno (PET).

Agitador Utilice una barra de agitación magnética recubierta de PTFE (teflón) y un agitador mecánico con impulsor recubierto de plástico inerte.

5. DESARROLLO

5.1. CALIBRACIÓN DEL INSTRUMENTO

Para cada procedimiento, es crucial seguir las instrucciones del fabricante tanto para el medidor de pH como para el almacenamiento y la preparación de los electrodos antes de su uso. Las soluciones recomendadas para el almacenamiento a corto plazo de los electrodos varían según el tipo de electrodo y el fabricante, pero generalmente deben tener una conductividad superior a 4000 $\mu\text{mhos/cm}$.

Para un electrodo de vidrio único, es preferible utilizar un tampón pH 4, mientras que para un electrodo de referencia como calomel o Ag/AgCl se prefiere una solución saturada de KCl. La solución KCl saturada también es ideal para electrodos combinados.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 15 de 21	

Es crucial mantener los electrodos húmedos devolviéndolos a la solución de almacenamiento (KCl 3M) cuando el medidor de pH no esté en uso. Se debe cambiar regularmente la solución de almacenamiento para evitar el crecimiento de moho, bacterias, evaporación y contaminación potencial por muestras. El propósito de la calibración es establecer la relación entre la respuesta del electrodo y los estándares de pH para asegurar lecturas precisas en el medidor de pH. Se recomienda calibrar el medidor de pH diariamente, antes de realizar cualquier análisis.

Durante la calibración, utilice al menos 2 soluciones tampón estándar de pH que cubran el rango esperado de pH de las muestras (se prefieren 3 soluciones tampón estándar). Si los valores de pH de las muestras varían considerablemente, considere realizar una calibración multipunto o verificar el rendimiento del electrodo con otro tampón estándar que tenga un pH dentro de 1 a 2 unidades del pH de la muestra.

Vierta una porción nueva (si es necesario) de cada solución tampón estándar en un vaso de precipitados limpio y seco. Lleve los tampones y las muestras a la misma temperatura, que puede ser la temperatura ambiente (ambiente), una temperatura fija (como 25 °C) o la temperatura de la muestra.

Antes de usar el medidor de pH, retire el electrodo de la solución de almacenamiento, enjuáguelo con agua de grado reactivo y agítelo suavemente para eliminar el exceso de agua. No frotes el bulbo; simplemente toca ligeramente con un paño sin pelusa. Coloque el electrodo en la primera solución tampón junto con el dispositivo de compensación de temperatura, si es necesario. Espere hasta obtener una lectura estable de pH y temperatura.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 16 de 21	

Un medidor de pH con función de autocalibración ajustará automáticamente la temperatura del tampón según la lectura del dispositivo de compensación de temperatura o la temperatura ingresada manualmente por el usuario. Siga cuidadosamente las instrucciones de calibración proporcionadas por el fabricante.

Después de completar la calibración con la primera solución tampón, retire el electrodo y el dispositivo de compensación de temperatura, y enjuáguelos suavemente. Luego, coloque el electrodo en la segunda solución tampón junto con el dispositivo de compensación de temperatura si es necesario, y espere una lectura estable de pH y temperatura. Repita estos pasos para cada solución tampón adicional si se utilizan más de dos.

Al finalizar la calibración con las soluciones tampón deseadas, siga las instrucciones del fabricante para finalizar el proceso. Cuando un electrodo de pH se calibra correctamente con soluciones tampón nuevas, la pendiente debería estar dentro del 3% del valor indicado en la Tabla 1 para ambos rangos de calibración (de pH 4 a pH 7 y/o de pH 7 a pH 10). Si las pendientes difieren en más del 3%, deseche las soluciones tampón y repita la calibración con nuevas. Es posible que sea necesario preparar o abrir una nueva solución tampón de pH 10 para mejorar la pendiente en el rango de pH de 7 a 10.

Verificación de la calibración: Retire los electrodos del último tampón, enjuáguelos bien con agua de grado reactivo y agite suavemente para eliminar el exceso de gotas de agua, o toque levemente el bulbo con un paño sin pelusa. Luego, sumerja los electrodos en un tampón que esté dentro de un rango de pH similar al pH esperado de las muestras. La lectura debe estar dentro de 0.1 unidades del pH esperado del tampón a esa temperatura.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 17 de 21	

Utilice la tabla de valores de pH versus temperatura proporcionada por el fabricante del tampón estándar.

Si la pendiente de calibración cae fuera del 3% del valor indicado en la Tabla 1, o si el estándar de verificación de pH no está dentro de 0.1 unidades de su valor esperado, las causas más comunes son la necesidad de limpiar y acondicionar el electrodo o la necesidad de reemplazar los tampones. Si después de abordar estos problemas y recalibrar, el electrodo aún no cumple con los criterios, deberá reemplazar el electrodo.

Las muestras analizadas para determinar el pH no se pueden diluir. Si el valor está fuera del rango de calibración, informe el valor y califíquelo como fuera del rango de calibración. La alternativa es recalibrar utilizando diferentes buffers.

5.2. ANÁLISIS DE MUESTRAS

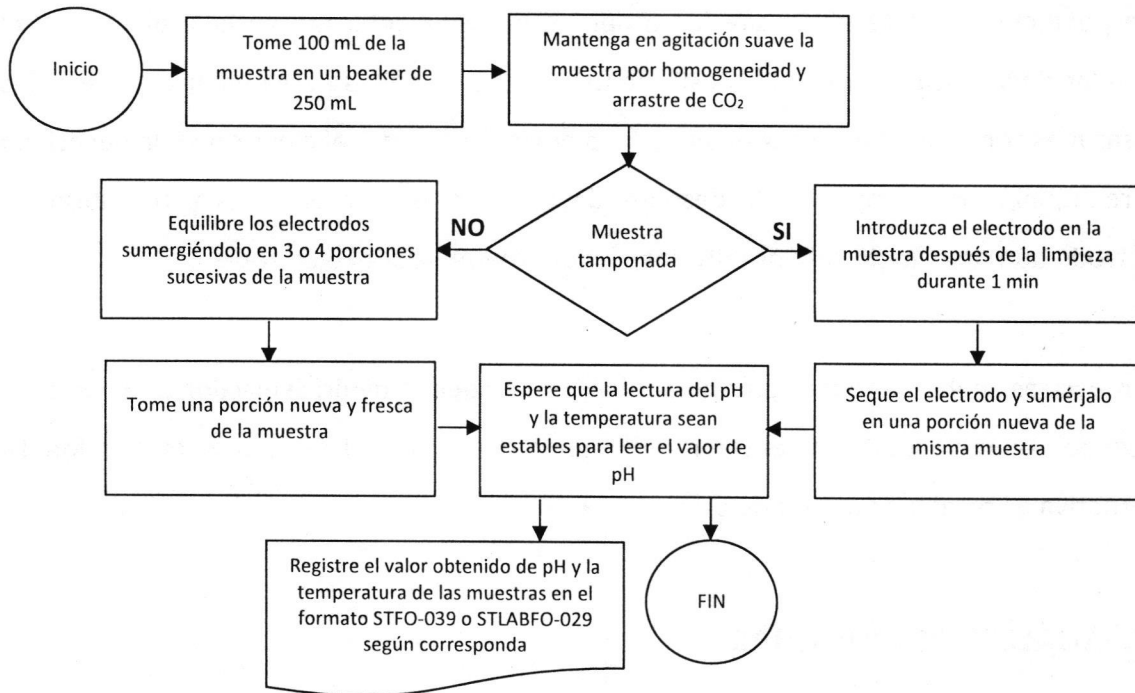
Tome aproximadamente 100 mL de la muestra en un beaker y establezca el equilibrio entre los electrodos y la muestra, agitando la muestra para asegurar la homogeneidad. Revuelva suavemente para minimizar el arrastre de dióxido de carbono. Para muestras tamponadas o de alta resistencia iónica, introduzca el electrodo después de la limpieza sumergiéndolos en la muestra durante 1 minuto. Séquelos, sumérjalos en una porción nueva de la misma muestra y lea el pH.

Con soluciones diluidas y mal tamponadas, equilibre los electrodos sumergiéndolos en tres o cuatro porciones sucesivas de la muestra. Tome una muestra fresca para medir el pH. Registre el valor obtenido junto con la temperatura de la muestra en el formato de registro



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
	Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	
		Página 18 de 21

de operación diaria STFO-39 o en el formato STLABFO-29 Registro de Resultados Primarios, según el laboratorio en el que se analice la muestra.



5.3. SOLUCIÓN DE ERRORES

Potenciómetro: Para localizar la fuente del problema, desconecte los electrodos y, utilizando una correa de cortocircuito, conecte el terminal del electrodo de referencia al terminal del electrodo de vidrio. Cambie a la escala de milivoltios en el medidor, el cual debería leer cerca de cero. Revise las recomendaciones del fabricante para obtener las lecturas aceptables. Si no tiene experiencia, no intente reparar el potenciómetro más allá del mantenimiento descrito en el manual del instrumento.

Electrodos: Si el potenciómetro funciona correctamente, busque la falla del instrumento en el par de electrodos. Sustituya un electrodo a la vez y verifique con dos tampones que estén



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 19 de 21	

separados por aproximadamente 4 unidades de pH. Una desviación superior a 0,1 unidad de pH indica un electrodo defectuoso. Los electrodos de vidrio fallan debido a rayones, deterioro o acumulación de desechos en la superficie del vidrio.

Rejuvenezca el electrodo sumergiéndolo alternativamente tres veces en HCl 0.1 N y NaOH 0.1 N. Si esto falla, sumérjalo en la solución KF durante 30 segundos. Después del rejuvenecimiento, remoje el electrodo en el tampón pH 7.0 durante la noche y enjuague bien. Vuelva a llenar los electrodos no sellados con solución electrolítica nueva. Guárdelos en una solución de almacenamiento de electrodos y enjuáguelos nuevamente con agua de grado reactivo antes de usarlos. Los recubrimientos de proteínas se pueden eliminar sumergiendo los electrodos de vidrio en una solución de pepsina al 10%, ajustada a un pH de 1 a 2.

Para comprobar el electrodo de referencia, compare la fuerza electromotriz (fem) de un electrodo de referencia cuestionable contra otro del mismo tipo que se sabe que está en buen estado. Usando un adaptador, conecte un electrodo de referencia bueno en el conector del electrodo de vidrio del potenciómetro; luego conecte el electrodo cuestionado en el conector del electrodo de referencia. Ajuste el medidor para leer milivoltios y tome lecturas con ambos electrodos sumergidos en la misma solución de electrolito (KCl) y luego en la misma solución tampón. Las lecturas de milivoltios deben ser de 0 ± 5 mV para ambas soluciones. Si se utilizan diferentes tipos de electrodos de referencia, por ejemplo, Plata/Cloruro de Plata contra Calomelanos o Yoduro-Triyoduro, la lectura se compensará con los valores de referencia conocidos. Por ejemplo, -44 ± 5 mV para un buen electrodo de referencia cuando se compara Plata/Cloruro de Plata con Calomelanos o 220 ± 5 mV cuando se compara Plata/Cloruro de Plata con Yoduro-Triyoduro.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 20 de 21	

Los problemas del electrodo de referencia generalmente se deben a una unión obstruida. La interrupción del flujo continuo de electrolito a través de la unión provoca un aumento en el tiempo de respuesta y una desviación en la lectura. Limpie la unión obstruida de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Estas medidas pueden incluir aplicar succión a la punta o hervir la punta en agua destilada hasta que el electrolito fluya libremente, cuando se aplica succión a la punta o se aplica presión al orificio de llenado. Las uniones reemplazables están disponibles comercialmente y pueden ser una solución práctica cuando la obstrucción no se resuelve con la limpieza.

5.4. PRECISIÓN Y SESGO

Mediante el uso cuidadoso de un medidor de pH de laboratorio con electrodos de alta calidad, se puede lograr una precisión de $\pm 0,02$ unidades de pH y una exactitud de $\pm 0,05$ unidades de pH. Sin embargo, $\pm 0,1$ unidad de pH representa el límite de precisión en condiciones normales, especialmente para la medición de agua y soluciones mal tamponadas. En un estudio electrotérmico, treinta laboratorios analizaron una muestra sintética de una solución tampón de Clark y Lubs con pH 7,3, mostrando una desviación estándar de $\pm 0,13$ unidades de pH.

5.5. CÁLCULOS Y EXPRESIÓN RESULTADOS

Los resultados deben ser expresados en unidades de pH y se debe reportar la temperatura de la medición en el formato STFO-39 o en el formato STLABFO-29, según corresponda. Los valores deben ser reportados con dos cifras significativas.



SERVICIUDAD E.S.P.	Código STLABIN-08	Versión 02
Instructivo de pH SM:4500 H ⁺ A-B	Página 21 de 21	

6. REGISTRO

STFO-39 "Registro de Operaciones Diarias"

STLABFO-16 "Gráficos de control"

STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"

7. ANEXOS

7.1. REFERENCIAS

Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. Vigente.

NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración.