



MÉTODO ANALÍTICO FENOLES EN AGUA, SM 5530 B, D.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-10	Versión: 09
Revisó: Subdirector de Planeación y O.T.	Aprobó: Director General (E).
Fecha: 09 de Julio de 2025	Fecha: 09 de Julio de 2025
Resolución: 100-03-10-23-1338-2025	Páginas: 1 de 6

1. DESCRIPCIÓN

Los fenoles, definidos como hidroxiderivados del benceno y sus núcleos condensados, pueden aparecer en las aguas residuales domésticas e industriales, en las aguas naturales y en los suministros de agua potable. La cloración de tales aguas puede producir clorofenoles olorosos y que producen mal sabor. Los procesos de extracción del fenol en el tratamiento del agua incluyen la supercloración, tratamiento con dióxido de cloro o cloramina, la ozonización y adsorción con carbón activado.

2. ALCANCE

La determinación de fenoles mediante digestión-flash y posterior aplicación de la técnica espectrofotométrica de UV-Visible, de acuerdo a la experimentación base de la verificación correspondiente, es aplicable para las matrices: Potable, Superficial, Residual (doméstica e industrial) y Subterránea, en concentraciones a partir del MRL (definido experimentalmente) en adelante, teniendo en cuenta como rango de trabajo lineal concentraciones entre 0,2 mg/L y 0,5 mg/L.

3. FUNDAMENTO DEL MÉTODO

3.1. Principio

Se destilan los fenoles de impurezas no volátiles. Dado que la volatilización de los fenoles es gradual, el volumen destilado debe igualar al final el de la muestra original.

3.2. Interferencias

Se hace frente a las interferencias, tales como bacterias descomponedoras del fenol, sustancias oxidantes y reductoras, a valores de pH alcalinos, mediante la acidificación. Algunas aguas residuales contaminadas pueden requerir técnicas especializadas para eliminar las interferencias y para la recuperación cuantitativa de los compuestos fenólicos.

Elimínense las principales interferencias como sigue:

Agentes oxidantes, tales como cloro y los detectados por la liberación de yodo en la acidificación, en presencia de yoduro de potasio (KI). Remueva inmediatamente después del muestreo por adición de sulfato ferroso (FeSO_4) en exceso. Si el agente oxidante no es removido, los compuestos fenólicos pueden oxidarse parcialmente.

Compuestos de sulfuro, remueva por acidificación a pH 4,0 con H₃PO₄ aireando brevemente por agitación. Esto elimina la interferencia de sulfuro de hidrógeno (H₂S) y dióxido de azufre (SO₂).

Aceites y alquitranes, realice una extracción alcalina ajustando el pH entre 12-12,5 con lentejas de NaOH. Extraiga el aceite y el alquitrán de la solución acuosa con 50 mL de cloroformo CH₃Cl. Descarte el aceite o alquitrán contenido en la capa. Remueva el exceso de CHCl₃ en la capa acuosa por calentamiento en un baño de agua antes del procedimiento de destilación.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Los fenoles en las concentraciones usualmente encontradas en aguas residuales son sujeto de oxidación biológica y química. Preserve y almacene las muestras a 4°C o menos si no van a analizarse después de 4 horas de tomada la muestra.

Acidifique con 2 mL de H₂SO₄/L.

Analice las muestras preservadas y almacenadas antes de 28 días.

5. INSTRUMENTAL Y EQUIPOS

Según Standard Methods sección 5530 B y D:

- Equipo de destilación.
- Potenciómetro.
- Vidriería volumétrica en general.
- Espectrofotómetro UV-VIS.

6. REACTIVOS

Según Standard Methods sección 5530 B y D:

- Ácido fosfórico, H₃PO₄ 1+9.
- Indicador naranja de metilo.
- Hidróxido de sodio NaOH 2,5 N.
- Hidróxido de amonio NH₄OH 0,5 N.
- Solución buffer de fosfato.
- 4-aminoantipirina al 2%.
- Ferricianuro de potasio K₃Fe(CN)₆ al 8%.

7. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-10	Versión: 09	Página: 2 de 6

Prepare todos los reactivos con agua destilada libre de fenoles y cloro.

- **Ácido fosfórico, H₃PO₄ 1+9:** Diluya 10 mL de H₃PO₄ al 85% en 100 mL de agua.
- **Indicador naranja de metilo:** Disuelva 50 mg de sal de naranja de metilo en agua y diluya a 100 mL.
- **Hidróxido de sodio NaOH 2,5 N:** Disuelva 10 g de lentejas de NaOH en 100 mL de agua.
- **Hidróxido de amonio NH₄OH 0,5 N:** Diluya 35 mL de NH₄OH fresco en 1 L de agua.
- **Solución buffer de fosfato:** Disuelva 104,5 g K₂HPO₄ y 72,3 g de KH₂PO₄ en agua y diluya a 1 L. el pH debe ser 6,8.
- **4-aminoantipirina:** Disuelva 2 g de 4-aminoantipirina en agua y diluya a 100 mL. Prepare diariamente.
- **Ferricianuro de potasio K₃Fe(CN)₆:** Disuelva 8 gramos de K₃Fe(CN)₆ en agua y diluya a 100 mL. Filtre si es necesario. Almacene en frasco de vidrio ámbar. Prepare semanalmente.

8. PROCEDIMIENTO

8.1. Procesamiento de limpieza de la muestra.

- a) Mida 500 mL de muestra en un vaso de precipitados, ajuste el pH a aproximadamente 4 con solución de H₃PO₄ utilizando indicador naranja de metilo (de ser necesario) y pase la muestra al equipo de destilación. Utilice un recipiente de 500 mL para la recepción de la muestra destilada.
- b) Destile de 400 a 500 mL de la muestra, detenga la destilación y, permita que el sistema se equilibre.

Nota: Si la muestra es muy limpia (usualmente potable o superficial) tomar un volumen de 500 mL, mientras que si tiene alto contenido de sólidos o es altamente contaminada (residuales), entonces tomar menos volumen para la destilación y tener en cuenta el factor correspondiente a la hora de hacer el cálculo final.

- c) Seguidamente tomar el destilado, llevar a un balón de 500 mL y aforar con agua destilada.
- d) Una destilación debería ser suficiente para purificar la muestra de forma adecuada. En ocasiones, sin embargo, el destilado es turbio. Si es así, acidifique con H₃PO₄ y destile según se indica en el apartado anterior. Si el segundo

destilado sigue siendo turbio, utilícese el proceso de extracción descrito a continuación antes de destilar la muestra.

- e) Tratamiento cuando el segundo destilado es turbio: Recoja una fracción de 500 mL de la muestra original como sigue: añada 4 gotas de naranja de metilo y acidifique con H₂SO₄ 1 N. Páselo a un embudo de separación y añada 150 g de NaCl. Agite con cinco fracciones sucesivas de CHCl₃, empleando 40 mL en la primera y 25 mL en las sucesivas. Pase la capa de CHCl₃ a un segundo embudo de separación y agite con tres fracciones sucesivas de NaOH 2,5 N, utilizando 4 mL en la primera y 3 mL en cada una de las dos siguientes. Combine los extractos alcalinos, caliéntelos en baño maría hasta que el CHCl₃ haya sido eliminado, enfrielo y diluya hasta 500 mL, con agua destilada. Proceda con la destilación como se ha descrito en los apartados a) y b).

8.2. Procesamiento de la muestra.

Tomar 100 mL de destilado, o una porción que contenga no más de 0,5 mg de fenol diluido hasta 100 mL.

Añada 2,5 mL de la solución de NH₄OH 0,5 N y ajuste el pH a 7,9 ± 0,1 con solución tampón fosfato. Añada 1 mL de solución 4-aminoantipirina, mezcle bien, añada 1 mL de solución K₃Fe(CN)₆ y mezcle bien.

Después de 15 minutos, pase a la celda de 1 cm y lea en el espectrofotómetro a absorbancia de 500 nm.

9. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Se interpolan los datos en la curva de calibración para obtener los resultados. La curva debe ser desarrollada de 0 a 0,5 mg/L. Se recomienda el desarrollo de la curva a partir del estándar de 1000 mg/L y los patrones son llevados a un volumen final de 500 mL.

Tabla 1. Preparación de estándares para curva de calibración.

Estándares (mg/L)	Volumen en mL de estándar de 1000 mg/L
0	0
MRL (Límite de cuantificación)	Volumen correspondiente al MRL
0,3	0.15
0,4	0.2
0,5	0.25

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

D-7.2-10 Versión: 09 Página: 4 de 6

10. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Cada lote muestras, se deben realizar y registrar en la captura de datos lo siguiente:

Analizar un blanco de reactivo en cada lote. Realizar una corrección del mismo si su resultado es $\geq 0,5$ MRL.

Utilice un estándar igual al punto medio del rango lineal, el cual se prepara a partir de una segunda fuente y compárelo con la curva realizada, donde % Error $\leq 10\%$.

Analizar una muestra por duplicado, con un RPD $\leq 20\%$.

Analizar una muestra enriquecida por duplicado, con un RPD $\leq 20\%$ y un % de recuperación entre 70-110%.

- Se debe realizar curva nueva cada vez que los estándares de control y seguimiento estén por fuera del límite establecido o cuando el analista lo considere necesario.

Cada vez que realice curva de calibración, compare cada punto de calibración con la curva y vuelva a calcular su concentración, teniendo en cuenta los siguientes criterios de aceptación:

- ✓ Hasta el doble del MRL, $\pm 50\%$ de error aceptado.
- ✓ Entre 3 y 5 veces el MRL, $\pm 20\%$ de error aceptado.
- ✓ Más de 5 veces el MRL, $\pm 10\%$ de error aceptado.

11. MANTENIMIENTO

Se debe llevar un buen control del tiempo de agitación y reposo en cada lectura de muestra. Celdas en óptimo estado y espectro calibrado.

12. BIBLIOGRAFÍA

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. In: Lipps Wc, Braunt-Howland Eb, Baxter Te. Eds. Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 24th Ed. Washington Dc: APHA PRESS;2023Sección 5530 B, C, D.

13. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
09/06/2016	300-03-10-23-0649	01	Aprobación inicial con código y nombre D-5.4-10: MÉTODO ANALÍTICO FENOLES EN AGUA, SM 5530 B, D.

05/10/2016	300-03-10-23-1303	02	Se actualiza el logo corporativo. Se especifica el control de calidad por cada lote. Se cambia el uso del coeficiente de variación por el RPD.
15/08/2018	300-03-10-23-1436	03	Se corrigen la DESCRIPCIÓN, FUNDAMENTO DEL MÉTODO, INTERFERENCIAS Y TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO, de acuerdo a lo señalado en la edición 23 del Standard Methods. Se incluyen los numerales: REACTIVOS, PREPARACIÓN DE REACTIVOS Y PROCEDIMIENTO de acuerdo a lo señalado en la edición 23 de Standard Methods.
14/02/2019	300-03-10-23-0169	04	En la sección de DESCRIPCIÓN se indica de manera precisa el alcance, así: "Este método es aplicable a las matrices residual, superficial, subterránea y potable". En la sección PROCEDIMIENTO en el ítem b, se modifica el volumen de muestra a destilar, pasando de 450 mL a una alícuota entre 400 y 500 mL, adicionando una nota aclaratoria, así: "si la muestra es muy limpia (usualmente potable o superficial) tomar un volumen de 500 mL, mientras que si tiene alto contenido de sólidos o es altamente contaminada (residuales), entonces tomar menos volumen para la destilación y tener en cuenta el factor correspondiente a la hora de hacer el cálculo final". Además, se adicionó el paso c, donde se dice: "Seguidamente tomar el destilado, llevar a un balón de 500 mL y aforar con agua destilada". En la sección de SEGUIMIENTO Y CONTROL se ajusta el criterio de aceptación del % de Recuperación para el método, pasando de 80-120 a 70-110. Esto teniendo en cuenta el histórico de las experimentaciones, y que el método de referencia no establece un intervalo de control.
19/11/2019	300-03-10-23-1429	05	Se adiciona dentro de la estructura del método la sección 2 – ALCANCE, así: "La determinación de fenoles mediante digestión-flash y posterior aplicación de la técnica espectrofotométrica de UV-Visible, de acuerdo a la experimentación base de la verificación correspondiente, es aplicable para las matrices: Potable, Superficial, Residual (doméstica e industrial) y Subterránea, en concentraciones a partir del MRL (definido experimentalmente) en adelante, teniendo en cuenta como rango de trabajo lineal concentraciones entre 0,2 mg/L y 0,5 mg/L". Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-10 a D-7.2-10 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.
06/10/2020	300-03-10-23-1125	06	Se elimina la condición de 4 meses para realizar nueva curva de calibración y se condiciona a cuando el analista lo considere necesario. Se corrige el volumen de preparación de estándares de 100mL a 500 mL, por tanto se ajusta la tabla 1 teniendo en cuenta este volumen final y que la preparación se recomienda hacerse a partir de un estándar de 1000mg/L de fenoles.
16/11/2021	300-03-10-23-2356	07	Corrección en la redacción para la acción correctiva del blanco del método.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	08	Se actualiza el documento para la determinación de pH de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 5530 B, D. de 2022, edición 24.
09/07/2025	100-03-10-23-1338	09	Se corrigió el año de publicación de la versión vigente de Standard Methods (2023).

Última línea-----última línea-----última línea