



MÉTODO ANALÍTICO COT: COMBUSTIÓN A ALTA TEMPERATURA; SM 5310 B.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-17

Versión: 07

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 8

1. DESCRIPCIÓN

El carbono orgánico total en aguas limpias y aguas residuales está compuesto de una variedad de compuestos orgánicos en varios estados de oxidación. Algunos de estos compuestos del carbono pueden ser oxidados por procesos químicos y biológicos. El COT es independiente del estado de oxidación de la materia orgánica y no mide otros elementos orgánicos tales como el nitrógeno y el hidrogeno.

El método de combustión a alta temperatura se ha usado para una amplia variedad de muestras, pero cuando se aplica a muestras cargadas de partículas, la reducción del tamaño de partícula puede ser necesaria porque el método utiliza jeringas de orificio pequeño y / o tubos de muestreo.

2. ALCANCE

Este método aplica para el análisis mediante técnica de descomposición térmica para la determinación de Carbono Orgánico Total en aguas: superficiales y potables; en un rango de trabajo comprendido entre 1 y 10 mg/L TOC.

3. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO

3.1 Principio

La muestra es homogenizada y diluida como sea necesario y una porción es inyectadas en una cámara de reacción calentada, empaquetada con un catalizador oxidativo tal como oxido de cobalto, metales del grupo platino, o cromato de bario. El agua es vaporizada y el carbono orgánico es oxidado a CO_2 Y H_2O . EL CO_2 producto de la liberación de IC y de la oxidación del carbono orgánico e inorgánico es transportado por la corriente del gas portador y es medido por medio de un análisis infrarrojo no dispersivo o titulado coulometricamente.

Debido a que se mide el carbono total, se debe eliminar el carbón inorgánico por acidificación y burbujeo o se mide por separado y se obtiene por diferencia.

Se mide el carbono orgánico inyectando la muestra en una cámara de reacción donde se acidifica. Bajo condiciones ácidas, todo carbono inorgánico se convierte en CO_2 , que se transfiere al detector y se mide. Bajo estas condiciones el carbono orgánico no es oxidado por lo que solo se mide el carbono inorgánico.

3.2 Interferencias

La eliminación de carbonato y bicarbonato por acidificación y purga con gas purificado da como resultado la pérdida de compuestos orgánicos volátiles. Los volátiles también se pueden perder durante el almacenamiento o la mezcla de la muestra, especialmente si se permite que aumente la temperatura. Otra pérdida

importante puede ocurrir si las partículas grandes que contienen carbono no pueden ingresar a la aguja o el tubo de muestreo utilizado para inyección

Los gases de combustión (por ejemplo, agua, compuestos de haluro y óxidos de nitrógeno) pueden interferir con el sistema de detección. Consulte las recomendaciones de los fabricantes con respecto a la selección y el mantenimiento adecuados de los materiales del depurador y verifique si hay interferencias matriciales.

La principal limitación para las técnicas de alta temperatura es la magnitud y la variabilidad del blanco. Los fabricantes de instrumentos han desarrollado nuevos catalizadores y procedimientos que producen espacios en blanco más bajos, lo que resulta en niveles de detección más bajos.

4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Si es posible, enjuague las botellas con la muestra antes de tomarla. Coleccione y almacene la muestra en botellas de vidrio o plástico. Si no las va a analizar inmediatamente fijar con H_3PO_4 o H_2SO_4 hasta pH menor de dos y almacenar a $\leq 6^\circ C$ por un máximo de 28 días con la mínima exposición a la luz y a la atmosfera.

Los blancos de campo se pueden usar para verificar la contaminación atmosférica durante el muestreo al exponer el blanco en el campo a las mismas condiciones atmosféricas que las muestras, durante el procedimiento de muestreo.

Si cuando la muestra es acidificada se genera un precipitado de compuestos inorgánicos, suspender el análisis y eliminar el precipitado por adición de NaOH libre de CO_2 y materia orgánica.

5. INSTRUMENTAL Y EQUIPOS

- Analizador de COT (TELEDYNE TEKMAR; TORCH)
- Vidriería volumétrica en general.
- Transferpipetas de 0,1 a 1 ml y de 1 a 10 ml.
- Accesorios de preparación de muestras, según lo prescrito por el fabricante del instrumento (por ejemplo, viales de 40 ml).

6. REACTIVOS

- Ácido fosfórico.
- Solución estándar de carbono orgánico.
- Solución estándar de carbono inorgánico.
- Gas (aire) libre de CO_2 . ZERO
- NaOH.

7. PREPARACIÓN DE REACTIVOS

- **Solución estándar de carbono orgánico:** disolver 2,1254 gr de $C_8H_5KO_4$ (biftalato de potasio anhidro) grado primario en 1 L de agua destilada; 1ml=1mg carbóno.
- **Solución estándar de carbono inorgánico:** Disolver 4,4122 g de Na_2CO_3 anhidro en agua y agregue 3,497g de $NaHCO_3$ anhidro y diluir a 1000 ml; 1ml: 1 mg carbono. No acidificar
- **Ácido fosfórico 20%V/V:** Tomar 20 ml de ácido fosfórico al 85% y diluir a 100 ml con agua grado reactivo.
- **Solución de verificación de eliminación de IC:** debido a que las sales inorgánicas no son solubles en una sola solución concentrada, prepare cuatro soluciones madre separadas (A-D).
- Prepare la Solución **A** agregando 2,565 g de sulfato de magnesio heptahidratado ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) a 1 L de agua de bajo TOC. Prepare la Solución **B** agregando 0,594 g de cloruro de amonio (NH_4Cl), 2,050 g de cloruro de calcio dihidratado ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$), 0,248 g de nitrato de calcio tetrahidratado [$Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$], 0,283 g de cloruro de potasio (KCl) y 0,281 g de cloruro de sodio (NaCl) a 1 L de agua de bajo TOC. Prepare la Solución **C** agregando 2.806 g de bicarbonato de sodio ($NaHCO_3$) y 0,705 g de fosfato de sodio dibásico heptahidratado ($NaHPO_4 \cdot 7H_2O$) a 1 L de agua de bajo C. Prepare la Solución **D** agregando 1,862 g de meta-silicato sódico nonahidratado ($Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$) a 1 L de agua de bajo TOC.
- Tome una alícuota de 10 ml de cada solución (A-D) y agréguela a un vial de 40 ml. Acidificar con 40 μ L del ácido usado para la preservación de las muestras.

8. PROCEDIMIENTO

- Ingreso de la muestra al laboratorio, si no se va a analizar inmediatamente se agita suavemente, se fija la muestra con H_3PO_4 o H_2SO_4 hasta pH menor de 2.
- Tomar el volumen suficiente de la muestra y adicionarla en un vial de 40 ml, colocarla en el automuestreador para su posterior análisis en el equipo de análisis de COT.
- Si una muestra contiene sólidos brutos o materia insoluble, homogenícela hasta que se obtenga una replicación satisfactoria. La dilución puede ayudar a disolver y / o suspender sólidos.
- Antes de poner a analizar la muestra se debe programar el software del equipo de la siguiente manera:

Instrucciones de operación del software TORCH

Operación del instrumento: siga las instrucciones del fabricante para ensamblar, probar, calibrar y operar el analizador. Ajuste a la temperatura de combustión óptima antes de usar el instrumento; controlar la temperatura para garantizar la estabilidad.

A. Creación de la curva de calibración

Cree una curva de calibración en New/Calibration.

Seleccione el tipo de análisis (TOC).

Dar Ok.

Dar nombre a la curva de calibración en Save as Name.

Dar OK.

Justifique la creación de la nueva curva.

Dar OK.

B. Creación del método.

Cree un nuevo método en New/method.

Seleccione el tipo de análisis (TOC).

Dar Ok.

Seleccione la curva de calibración que quiere asociar a este método.

Dar doble clic en la curva seleccionada.

Guarde el método en file/save as.

Dar nombre al método en Save as Name.

Dar OK.

Justifique la creación del método.

Dar Ok.

C. Edición de los estándares.

Seleccione en TOOL la opción Standard Editor.

Seleccione la configuración de los estándares correspondientes.

Seleccione adicionar (Add).

Seleccione el método con el que va a trabajar.

Seleccione en Standard type la opción Calibration Standard.

Nombre el set de los estándares en standard ID.

Seleccione STOCK o USER. Stock realiza la curva a partir de un estándar alto.

Seleccione la curva que se creó.

Next. Se digitan los valores de los estándares.

Next.

Seleccione Auto Always.

Next.

Finish

D. Creación de un Schedule

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-17	Versión: 07	Página: 4 de 8

Cree un nuevo schedule en New/schedule
Seleccione el tipo de muestra (sample, blank, cal standard, check standard, system suitability, clean)

Nota: Para la selección del tipo de muestra.

Si se selecciona clean, los item position y method ID aparecen desactivados.

Si se selecciona Blank permite seleccionar el método.

Si selecciona Cal Standar, se abre una nueva ventana para que seleccione los estándares de la curva que se quieren leer.

Si selecciona check Standar, se abre una ventana en la cual se selecciona el estándar a verificar y los rangos en los cuales se acepta la lectura y la acción a tomar después de la lectura.

3. Seleccione el nombre de la muestra en Sample ID

4. Seleccione el método en Method ID (calibration ID)

5. Selecciones las veces que se va a inyectar la muestra en Rep

6. Verifique la posición de los viales en el automuestreador con la que aparece en el schedule.

Ojo: guardar!

7. Dar clic en la barra de herramientas al icono Ready

8. Dar clic en la barra de herramientas al icono save and Start.

- **Recomendaciones.**

Realizar una limpieza (clean) por lo menos 4 veces.

Después de la limpieza correr un blanco (blank) minimamente tres veces.

Luego leer la curva.

Por último, leer las muestras.

Terminar con una limpieza (clean) 3 veces.

- **Reportes.**

Seleccione file/open/reports.

Seleccione el schedule del cual se quieren ver los resultados.

Dar ok.

9. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Los cálculos los realiza el software del equipo de acuerdo a la curva de calibración seleccionada.

La curva debe ser desarrollada de 0 a 10 mg/L.

10. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-17	Versión: 07	Página: 5 de 8

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

- Analizar un blanco, realizar una acción correctiva si su resultado es $>$ a $\frac{1}{2}$ del límite de cuantificación.
- Analizar un patrón equivalente al límite de cuantificación. % Error aceptado $\leq 30\%$.
- Analizar un patrón de 8 mg/L. % Error aceptado $\leq 15\%$. Correrlo al final del lote analizado, con el fin de verificar la debida lectura del equipo.
- Analizar una muestra por triplicado. RSD $\leq 10\%$.
- Analizar una muestra enriquecida por duplicado. RPD $\leq 20\%$. % Recuperación aceptado [85-115].
- Verificar la eliminación de carbono inorgánico. Analizar un blanco de CI periódicamente, preferiblemente después del mantenimiento del equipo. Prepare una solución de prueba y confirmar que el resultado sea la $\frac{1}{2}$ del límite de cuantificación.

NOTA: Los estándares de control deben ser de segunda fuente.

Se recomienda realizar curva nueva cada vez que se analice un lote de muestra puesto que la lectura del blanco varía de un análisis a otro. Sin embargo, si el control de calidad cumple, esto no es necesario.

La captura de los datos generados por este análisis se realiza de forma automática en la base de datos del software **TORCH** correspondiente al equipo, estos se organizan en una carpeta en el escritorio llamada “resultados COT”.

Los reportes generados se guardarán el software del equipo con el nombre de “SM 3150 B” y se le adicionará la fecha de análisis.

El analista que ejecute el análisis, debe quedar registrado en el software.

11. MANTENIMIENTO

Mantener el automuestreador y el catalizador del equipo en buen estado y realizar mantenimiento de acuerdo a cronograma.

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;2023. Sección 5310 B.

13. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
11/08/2017	300-03-10-23-0990	01	Aprobación inicial con código y nombre D-5.4-18: MÉTODO ANALÍTICO COT: COMBUSTIÓN A ALTA TEMPERATURA; SM 5310 B
06/10/2017	300-03-10-23- 01270	02	Se corrige bibliografía puesto que se referenciaba el método de dureza.
15/08/2018	300-03-10-23-1436	03	De acuerdo al Standard Methods Ed.23 de 2017 se especifican los siguientes cambios: En la sección DESCRIPCIÓN se ajusta la redacción respectiva. En la sección INTERFERENCIAS se indica limitación por variabilidad de los blancos para métodos de alta temperatura como el presente. En la sección TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO se indica que los blancos de campo se pueden usar para verificar la contaminación atmosférica durante el muestreo y el tratamiento en campo para muestras que generen precipitado al momento de la fijación. Se enlistan los reactivos usados para el desarrollo del ensayo en la sección REACTIVOS, al igual que la preparación de los mismos en la sección 6. En la sección SEGUIMIENTO Y CONTROL: - Se cambia el criterio de aceptación del blanco, indicando acción correctiva cuando este sea > a ½ del MRL. - Se elimina el estándar de seguimiento de 3 mg/L y se añade estándar de seguimiento igual al MRL del método. - Se añade condición de análisis por triplicado de una muestra, donde %RSD≤10%. - Se añade como condición de control, la verificación de eliminación del Carbono Inorgánico. - Se especifica que los reportes generados se guardaran el software del equipo con el nombre de "SM 3150 B" y se le adicionará la fecha de análisis, y también que el analista que ejecute el análisis, debe quedar registrado en el software.
19/11/2019	300-03-10-23-1429	04	Se incluye en el documento la sección 2 - ALCANCE, así: "Este método aplica para el análisis mediante técnica de descomposición térmica para la determinación de Carbono Orgánico Total en aguas: superficiales y potables; en un rango de trabajo comprendido entre 1 y 10 mg/L TOC". Además, se adicionó la sección 11 – MANTENIMIENTO de acuerdo a lo establecido por el Laboratorio. Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-18 a D-7.2-17 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.
16/11/2021	300-03-10-23-2356	05	Se ajusta el rango de porcentaje de recuperación. Se incluye lo siguiente: Verificar la eliminación de carbono inorgánico. Analizar un blanco de CI periódicamente, preferiblemente después del mantenimiento del equipo. Prepare una solución de prueba y confirmar que el resultado es la ½ del límite de cuantificación.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	06	Se actualiza el documento para la determinación de COT de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 5310 B de 2022, edición 24.

09/07/2025	100-03-10-23-1338	07	Se corrigió el año de publicación de la versión vigente de Standard Methos (2023).
------------	-------------------	----	--

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