

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	1 de 12

1. OBJETIVO

Determinar cuantitativamente la alcalinidad total en muestras de agua, bajo la metodología Standar Methods SM 2320 B. Método de titulación

2. ALCANCE

El método es aplicable para todas las determinaciones de alcalinidad en aguas para consumo humano, natural superficial, natural subterránea y aguas para uso recreativo/estructuras similares, en el LDSP Santander.

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad de:

- **Coordinador LDSP:** Aprobar el presente documento, supervisar el estricto cumplimiento de lo establecido en el mismo y avalar los resultados que de éste se generen.
- **Profesional Analista del Laboratorio:** Encargado del análisis fisicoquímico del agua del Laboratorio Departamental de Salud Pública, quien debe implementar y hacer seguimiento a las actividades la técnica descrita en el presente manual con estándares de calidad, oportunidad y avalar los resultados que se generen del mismo.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Alcalinidad: Capacidad cuantitativa de los medios acuosos para reaccionar con los iones de hidrogeno y/o neutralizar ácidos. Constituye la suma de las especies titulables como hidróxido, carbonato y bicarbonato contenidos en el agua.

Bicarbonatos: son sales ácidas derivadas del ácido carbónico (H_2CO_3) que contienen el anión bicarbonato (HCO_3^-).

Blanco: Es un sistema físico que no contiene muestra real y por consiguiente no debe contener el analito de interés, pero debe contener todos los reactivos que se necesiten en el método de análisis y ser sometido a las mismas condiciones y procedimientos que las muestras reales y los estándares.

Carbonatos: son las sales del ácido carbónico o ésteres con el grupo $R-O-C(=O)-O-R'$. Las sales tienen en común el anión CO_3^{2-} y se derivan del ácido carbónico H_2CO_3 .

Estándar primario: es una sustancia utilizada como referencia al momento de hacer una valoración o estandarización de soluciones mediante el procedimiento de titulación.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	2 de 12

Normalidad: es el número de Equivalentes Químicos (EQ) o equivalentes-gramo de soluto por litro de disolución.

Solución estándar: es una solución que contiene una concentración conocida de un elemento o sustancia específica, llamada patrón primario.

Titulación potenciométrica: método que consiste en medir el potencial (voltaje) en una solución por medio de un electrodo como función de volumen de agente titulante. Por lo tanto, el voltaje que se mide en la solución es representativo de la concentración de la especie en solución.

5. CONDICIONES GENERALES

Para realizar el análisis se debe contar con los elementos de protección personal adecuados (bata, guantes, pantalón largo, gafas protectoras, zapatos cerrados), Formato de verificación de uso de elementos de protección: MI-GS-RG-378 y verificar las condiciones ambientales, Formato MI-GS-RG-37.

No se deben realizar procedimientos y/o tareas para los que no está entrenado o autorizado. Si se va a trabajar con ácidos concentrados se debe realizar en la cabina extractora de gases y utilizar mascarilla de gases.

Disposición de residuos:

Los residuos de las muestras, patrones titulados y soluciones, deben disponerse en un contenedor adecuado rotulados de acuerdo a lo establecido en el laboratorio y diligenciar el formato de entrega de residuos químicos para disposición final: MI-GS-RG-375 y manipularse correctamente según lo establecido en los protocolos de bioseguridad del laboratorio.

6. FUNDAMENTO DEL METODO DE ENSAYO

6.1 MÉTODO

La alcalinidad del agua es la capacidad de neutralizar ácidos y es la suma de todas las bases que se pueden titular. El valor medido puede variar significativamente con el pH del punto final empleado. La alcalinidad es una medida de una propiedad agregada del agua y se puede interpretar en términos de sustancias específicas solo cuando se conoce la composición química de la muestra.

En la mayoría de los cuerpos de aguas naturales, la alcalinidad se asocia al “*sistema carbonato*”, es decir, a la cantidad de carbonatos, bicarbonatos y ácido carbónico presentes en la muestra. Por tal razón, es posible decir que la alcalinidad es un indicativo de la concentración de estas sustancias. Los valores medidos también pueden incluir contribuciones de boratos, fosfatos, silicatos, u otras bases que estén presentes. La alcalinidad superior a las concentraciones de metales alcalinotérreos es significativa para determinar la aptitud de un agua para riego.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	3 de 12

En la **Tabla 1** se registran los puntos de equivalencia de las concentraciones de alcalinidad. El término “alcalinidad de fenolftaleína” que se menciona ahí es para referirse a la cantidad medida hasta un pH igual a 8,3, sin importar el indicador utilizado para la determinación.

	pH punto final	
	Alcalinidad total	Alcalinidad fenolftaleína
Alcalinidad mg CaCO ₃ /L		
30	4,9	8,3
150	4,6	8,3
300	4,3	8,3
Silicatos y fosfatos, conocidos o supuestos	4,5	8,3
Análisis habituales o automatizados	4,5	8,3
Residuos industriales o sistema complejo	4,5	8,3

Tabla 1. pH finales para diferentes concentraciones

La alcalinidad de una muestra se determina mediante el volumen de un ácido estándar requerido para titular una porción a un pH seleccionado. La titulación se efectúa a temperatura ambiente con un pHmetro o un titulador automático calibrado o mediante titulación usando indicadores coloreados. La siguiente tabla muestra los valores de pH en el punto final de la titulación para diferentes condiciones ensayo. La alcalinidad está expresada como alcalinidad a la fenolftaleína (P) o como alcalinidad total (T) indicando el pH y el indicador usado.

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS.

La toma, conservación o titulación de la muestra puede contribuir a la alcalinidad debido a que, durante la realización de estas actividades, se pueden perder o ganar gases disueltos como CO₂, sulfuro de hidrógeno o amoníaco. Estos efectos se pueden disminuir titulando la muestra hasta punto final inmediatamente después de abrir el recipiente que contiene la muestra, sin calentarlo, agitarlo o mezclarlo. También, se debe proteger la muestra de la atmósfera durante la titulación.

En la titulación potenciométrica el electrodo de vidrio puede ser cubierto por jabones, materias aceitosas, sólidos suspendidos, precipitados o materiales de desecho; compuestos que generan una respuesta lenta. Por eso se recomienda parar luego de cada adición de base estándar con el fin de que el electrodo se equilibre; aunque en algunas ocasiones requiere de limpieza.

El cloro residual presente en aguas tratadas interfiere con el viraje de los indicadores. Si la muestra es de agua tratada con cloro debe agregar una gota de solución de tiosulfato de sodio (Na₂S₂O₃) 0,1N para eliminar el cloro residual que interfiere con el cambio de color de los indicadores. Si utiliza éste, también debe adicionársele al blanco. Si la muestra presenta color, debe realizarse la titulación utilizando el potenciómetro.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	4 de 12

La presencia de color y sólidos suspendidos afectan el viraje del indicador; para atenuar estas interferencias es aconsejable utilizar el método potenciométrico verificando los puntos finales a pH=8,3 y pH=4,5.

8. RECOLECCION E IDENTIFICACION DE LA MUESTRA.

La muestra para el análisis debe ser recolectada en un recipiente de vidrio o de plástico que se encuentre totalmente limpio, asegurar la cadena de frío y la debida identificación de la muestra con el rotulo. La muestra debe estar completamente identificada en el acta de toma de muestra de agua MI-GS-RG-110.

9. CONSERVACION DE LA MUESTRA

Puede almacenarse durante al menos 24 horas en refrigeración. Esta muestra bajo condiciones correctas de almacenamiento puede ser retenida por un periodo no superior a 14 días.

NOTA: La muestra no debe ser filtrada, diluida, concentrada o alterada para la determinación, pues el resultado se ve afectado.

10. RECURSOS

10.1 Materiales

- ✓ Balones aforados de 100 a 1000 mL,
- ✓ Bureta de 25 mL
- ✓ Pipetas aforadas y/o graduadas de 1, 5, 10 y 20 mL
- ✓ Soporte universal.
- ✓ Pinzas para bureta.
- ✓ Pera o pipeteador.
- ✓ Probeta de 25, 50 y 100 ml
- ✓ Erlenmeyer de 250 ml
- ✓ Desecador.
- ✓ Crisol.
- ✓ Espátula.
- ✓ Frascos de vidrio o polietileno de 100, 250, 500, 1000mL.
- ✓ Frasco lavador.
- ✓ Gotero.

10.2 Equipos

- ✓ Balanza analítica.
- ✓ Horno o Mufla.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	5 de 12

11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

11.1 Reactivos:

Los reactivos deben ser de grado analítico y contar con el respectivo certificado de análisis de trazabilidad. Cuando se preparen las soluciones se debe diligenciar los formatos de preparación de reactivos MI-GS-RG-101, formato valoración de reactivos MI-GS-RG-107, formato Verificación de balanza MI-GS-RG-102, formato de verificación de agua destilada MI-GS-RG-106.

- **Agua destilada y desionizada.**
- **Solución Patrón de Carbonato de sodio, (Na₂CO₃), 0,05N:** secar de 3 a 5 g de Na₂CO₃ estándar primario trazable internacionalmente a 250 °C durante cuatro (4) horas y luego enfriar en el desecador.
Posteriormente, pesar 2,5 ± 0,2 g y transferir a un balón aforado de un litro completando el volumen con agua destilada y desionizada. Esta solución se utilizará para estandarizar el ácido. Esta solución no es estable por más de una semana. Si requiere, preparar un volumen de solución más pequeño (0.625g en balón aforado de 250mL o 0.125g en balón aforado de 50mL).
- **Ácido sulfúrico, (H₂SO₄), 0,1 N:**
Medir 2,8 mL de ácido sulfúrico (H₂SO₄) concentrado (98%) lentamente adicionar a un balón aforado de 1000 mL, que contenga aproximadamente 250mL de agua. Aforar y mezclar bien. Almacenar en un recipiente de vidrio
- **Ácido clorhídrico, (HCl), 0,1 N:**
Si en vez de utilizar H₂SO₄, se utiliza HCl, se procede de la misma forma descrita anteriormente; pero en este caso, se disuelve 8,4 mL de HCl concentrado (37%) en 1000 ml agua destilada y desionizada.
- **Ácido sulfúrico, (H₂SO₄), o Ácido clorhídrico, (HCl), 0,02 N:**
Diluir 200mL de la solución estándar del ácido 0.1N en un balón aforado de 1L y complete a la marca con agua destilada. Estandarizar la solución (ver ítem 12.1).
- **Solución tiosulfato de sodio (Na₂S₂O₃.5H₂O) 0.1M:** disolver 25g de Na₂S₂O₃.5H₂O y diluya a 1 litro con agua.
- **Solución indicadora verde bromocresol** (para pH 4.5): disolver 100mg de verde bromocresol sal de sodio en 100mL de agua destilada.
- **Solución indicadora de verde bromocresol con rojo de metilo (mixto):** mezclar 100mg de verde bromocresol sal de sodio y 20mg de rojo de metilo sal de sodio en 100mL de agua destilada.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	6 de 12

- **Soluciones de referencia de pH 4,00; 7,00; 10,00.**
- **Soluciones estándar de control**
 - **Solución estándar de control de 1000 mg/L de Na₂CO₃:** secar de 3 a 5 g de Na₂CO₃ a 250°C durante 4h y enfriar en un desecador. Pesar 1000 mg y llevar a un balón aforado de 1000mL y aforar con agua destilada.
 - **Solución estándar de control de alta concentración (250 mg/L de Na₂CO₃):** diluir 12,5mL del estándar de control de 1000 mg/L en un balón aforado de 50mL y completar hasta la marca con agua destilada.
 - **Solución estándar de control de media concentración (100 mg/L de Na₂CO₃):** diluir 5mL del estándar de control de 1000 mg/L en un balón aforado de 50mL y completar hasta la marca con agua destilada.
 - **Solución estándar de control de baja concentración (50 mg/L de Na₂CO₃):** diluir 2, 5mL del estándar de control de 1000mg/L en un balón aforado de 100mL y completar hasta la marca con agua destilada.

12. DESCRIPCION DEL PROCEDIMIENTO

12.1. Estandarizar la solución titulante. (H₂SO₄ o HCl 0.1N)

- Tome 40mL de solución de Na₂CO₃ 0.05N y adicione 60mL de agua destilada en un vaso precipitado. Estandarizar usando la solución de ácido sulfúrico o clorhídrico 0.1N titulando potenciométricamente hasta pH 5.
- Retire el electrodo y enjuáguelo dentro del mismo vaso.
- Cubra el vaso precipitado con un vidrio de reloj y llevar a ebullición suavemente por 3 a 5 minutos.
- Enfríe a temperatura ambiente y enjuague el vidrio de reloj dentro del vaso precipitado.
- Finalice la titulación hasta el punto de inflexión pH 4.5.
- Calcular la concentración de ácido.
- Realizar por duplicado la valoración y promediar el resultado.
- Para el ácido de concentración 0.02N se estandariza tomando 3 mL de la solución Na₂CO₃ 0.05N y se ejecuta como ya se mencionó. La normalidad del ácido se calcula haciendo uso de la **Ecuación 1**.

$$Normalidad N = \frac{A \times B}{53,00 \times C}$$

Ecuación 1. Cálculo para la Normalidad del acido

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	7 de 12

Dónde:

N = Normalidad de la solución (Eq/L)

A= gramos de Na₂CO₃, pesados y adicionados en el balón de 1L o menos (Nota 1)

B= mL de la solución de Na₂CO₃ tomada para la titulación.

C= mL de la solución ácida consumidos en la titulación.

53,00= Peso equivalente de Na₂CO₃.

Nota: si se prepara menos de 1L, dividir el peso (en gramos) sobre el volumen al cual se aforó la solución (en Litros). Ejemplo: A = 0,625g/0,250L.

12.2. Acondicionamiento de la muestra

- Permitir que la muestra se aclimate a temperatura ambiente.
- Tomar 50 mL de la muestra y transferir a un Erlenmeyer.
- Adicionar 0.05mL (1 gota) de tiosulfato de sodio si hay presencia de cloro residual libre.
- Realizar el montaje de titulación, llenar la bureta con H₂SO₄ o HCl 0.02N, y homogenizar.

12.3. Determinación de la alcalinidad

- Adicionar 0.2mL o 5 gotas del indicador
- Adicionar el ácido previamente estandarizado a la muestra (en agitación suave) gota a gota hasta cambio en la coloración según el indicador usado (punto final).
- Registrar el volumen de ácido gastado en el formato de hoja de trabajo MI-GS-RG-526.

13. CONTROL DE CALIDAD ANALITICO

- Ejecute la rutina de verificación del equipo espectrofotómetro según cronograma del laboratorio (una vez a la semana).
- Utilice siempre material limpio, siguiendo el ítem lavado de material en el Instructivo de limpieza y desinfección del laboratorio
- Analizar una solución estándar de control semanalmente. Verificar el resultado en la carta de control del método y debe encontrarse en los límites de control/alarma. La solución estándar de control puede ser de concentración baja, media o alta (50, 100 y 250 mg/L de Na₂CO₃). Estos patrones se preparan a partir de una solución de referencia Platino Cobalto. El resultado de esta prueba debe quedar en los registros de análisis de muestras y la respectiva carta de control.
- En caso de que los criterios mencionados no cumplan (estándar de control, verificación del equipo), se debe parar el análisis y seguir el procedimiento de trabajo no conforme.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	8 de 12

- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen.
- Se debe participar en Programa Interlaboratorio de Control de Calidad de Aguas Potables -PICCAP, programa oficial de Evaluación Externa Directa del Desempeño (PEEDD) del Instituto Nacional de Salud

14. ANALISIS Y EXPRESION DE RESULTADOS

14.2. Cálculos

Para determinar la alcalinidad de alta y de baja, hacer uso de la **Ecuación 2** respectivamente.

$$\text{Alcalinidad} \left[\frac{\text{mg CaCO}_3}{\text{L}} \right] = \frac{A \times B \times C \times 1000}{V_m}$$

Ecuación 2. Titulación potenciométrica de alcalinidad alta

Donde:

A= mL de ácido gastado en la titulación

B= La normalidad de la solución titulante gastado.

C= Peso equivalente de CaCO₃, patrón escogido para la expresión del resultado (50 g/eq-g).

1000= Factor de conversión (mg/g).

V_m= mL de muestra.

15. EMISION DEL INFORME DE RESULTADOS

Para muestras de agua para consumo humano, natural superficial, natural subterránea que en el acta de toma de muestra de agua (MI-GS-RG-110) tenga como objeto vigilancia, procedentes de los municipios categoría 4,5,6 y municipios categoría 1,2,3, con Convenio, se reportaran en la herramienta SIVICAP.

Para muestras de agua para consumo humano, natural superficial, natural subterránea que en el acta de toma de muestra de agua (MI-GS-RG-110) tenga como objeto diagnóstico o ETA se reporta en el formato MI-GS-RG-293: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Consumo Humano, y aguas de uso recreativo y estructuras similares, se reportan utilizando el formato: MI-GS-RG-167 Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Uso Recreativo y Estructuras Similares.

Los resultados de los análisis se reportan con una cifra significativa.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	9 de 12

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

No aplica.

17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Referencias bibliográficas:

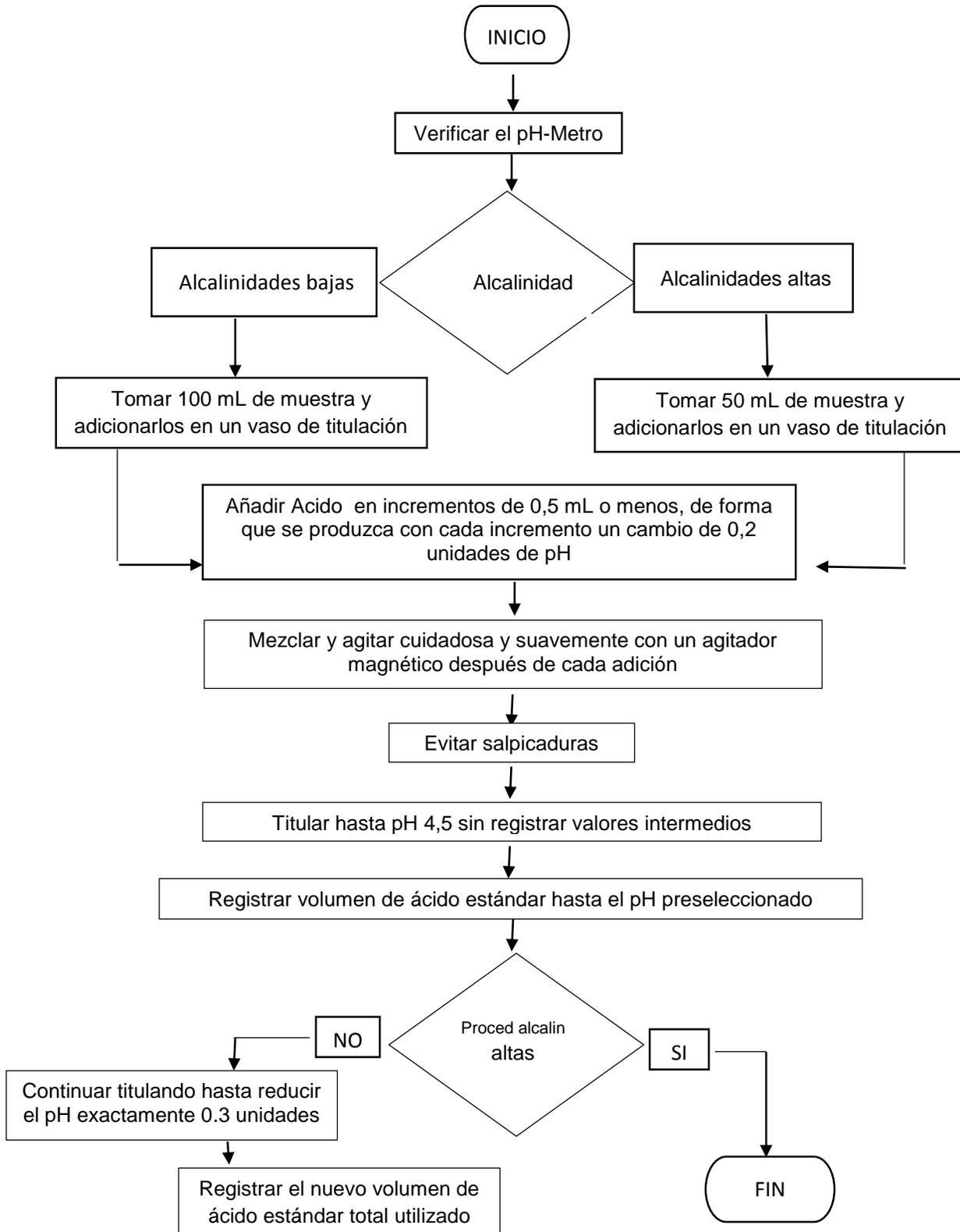
Eaton, A. & Franson, M. 2005. American water works association & water environment federation. Standard methods for the examination of water and wastewater. Edición 21. Washington-U.S.A: American Public Health Association.

Nava G. 2011. Manual de métodos fisicoquímicos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. Bogotá-Colombia: Programa de vigilancia por laboratorio de la calidad de agua para consumo humano-Instituto Nacional de Salud, INS. 69,73-76.

Standard methods for the Examination of Water and Wastewater 2320 C.

18. ANEXOS

18.2. Diagrama 1. Procedimiento para la determinación de Alcalinidad.



 <p>República de Colombia DEPARTAMENTO DE SANTANDER GOBIERNO DE SANTANDER</p>	<p>MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA.</p> <p>Laboratorio de Salud Pública.</p>	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	11 de 12

18.2 DOCUMENTOS ASOCIADOS

Formato MI-GS-RG-378: Verificación de uso de elementos de protección.

Formato MI-GS-RG-37: Control de Temperatura y Humedad.

Formato MI-GS-RG-375: Entrega de residuos químicos para disposición final.

Formato MI-GS-RG-110: Acta de toma de muestra de agua.

Formatos MI-GS-RG-101: Preparación de reactivos.

Formato MI-GS-RG-107: Valoración de reactivos.

Formato MI-GS-RG-102: Verificación de balanza.

Formato MI-GS-RG-102: Verificación de agua destilada.

Formato MI-GS-RG-103: Verificación de conductividad.

Formato MI-GS-RG-526: Hoja de trabajo.

Formato Carta control.

Instructivo de uso de equipos.

Formato MI-GS-RG-293: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Consumo Humano.

Formato: MI-GS-RG-167: Informe de Análisis de la Calidad del Agua para Uso Recreativo y Estructuras Similares.

	MANUAL PARA DETERMINACION DE ALCALINIDAD TOTAL EN AGUA. Laboratorio de Salud Pública.	CÓDIGO	MI-GS-MA-43
		VERSION	0
		FECHA DE APROBACION	01/09/2022
		PÁGINA	12 de 12

19. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS					
VERSION	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	ELABORO	REVISO	APROBO
0	03/06/2022	Emisión inicial del documento	AURA VICTORIA BARRERA Profesional universitario Físico Químico Aguas SHYRLEY M CUCAITA Responsable técnico Físico Químico Aguas, Alimentos y Bebidas.	ALBA ROCIO ORDUZ A Líder Grupo LSP GERMAN MARIN C Director de Salud Integral DIEGO SANCHEZ BAEZ Coordinador Grupo de Apoyo a la Gestión y Calidad. CESAR ERNESTO SAENZ ARANDA Director de Planeación y Mejoramiento en Salud.	JAVIER ALONSO VILLAMIZAR SUAREZ Secretario de Salud de Santander