



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 1 de 13	

## 1. OBJETIVO

Establecer el instructivo para la determinación de la alcalinidad total, hidróxidos y/o bicarbonatos para muestras de agua cruda y tratada en el Laboratorio de Control de Calidad de Agua en la planta de tratamiento de Serviciudad ESP.

## 2. ALCANCE Y RESPONSABLES

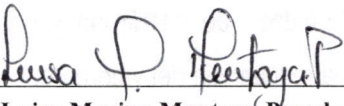
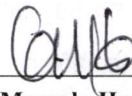
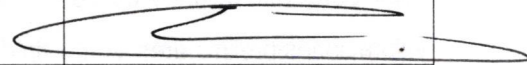
Este instructivo aplica para muestras de agua cruda y tratada del Laboratorio de Control de Calidad de Agua en la planta de tratamiento de Serviciudad ESP.

La administración y control de este documento es responsabilidad del Técnico de Control de Calidad de Agua. Los ajustes del documento que surjan en el camino serán llevados a cabo por los laboratoristas químicos de agua, bajo la revisión del profesional de la planta de tratamiento. La ejecución de los ensayos será responsabilidad de los Laboratoristas Químicos de agua del laboratorio de Control de Calidad.

## 3. DEFINICIONES (No aplica)

## 4. GENERALIDADES

La alcalinidad de un agua es su capacidad neutralizadora de ácidos. Es la suma de todas las bases valorables. El valor medido puede variar significativamente con el pH final.

<b>ELABORADO POR:</b>	<b>REVISADO POR:</b>	<b>APROBADO POR:</b>
 <b>Luisa Marina Montoya Posada</b> Técnico de Calidad de agua	 <b>Genny Marcela Hurtado Giraldo</b> Profesional Planta de Tratamiento	 <b>Eduardo Andrés Brand Ruíz</b> Subgerente Técnico y Operativo
Fecha: 2024-01-20	Fecha: 2024-01-25	Fecha: 2024-01-27



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 2 de 13	

La alcalinidad es una medida de una propiedad agregada del agua y puede ser interpretada en términos de sustancias específicas únicamente cuando la composición química de la muestra es conocida.

La alcalinidad es significativa en muchos usos y tratamientos de aguas naturales y aguas residuales. Debido a que la alcalinidad de muchas aguas superficiales es principalmente una función de carbonato, bicarbonato, y el contenido de hidróxido, se toma como una indicación de la concentración de estos componentes. Los valores medidos también pueden incluir las contribuciones de boratos, fosfatos, silicatos u otras bases si se encuentran presentes.

La alcalinidad en exceso de concentraciones de metales alcalino-térreos es significativa para determinar la aplicabilidad de un agua para irrigación. Las mediciones de alcalinidad se usan en la interpretación y el control en procesos de tratamiento de aguas y aguas residuales. El agua residual doméstica cruda tiene un alcalinidad menor o sólo ligeramente mayor que la de la fuente de abastecimiento. Los digestores anaeróbicos operados adecuadamente tienen una alcalinidad del sobrenadante en el rango de 2000 a 4000 mg de carbonato de calcio por litro ( $\text{CaCO}_3/\text{L}$ ).

#### **4.1. SELECCIÓN DEL MÉTODO**

La alcalinidad de la muestra se determina a partir del volumen de ácido estándar requerido para titular una porción a un pH designado, tomado de la tabla 1. Se valora a temperatura ambiente con un medidor de pH correctamente calibrado o un valorante eléctrico, o se usan indicadores de color. En este último caso se prepara y se valora un blanco de indicador. La alcalinidad se reporta como menos de 20 mg  $\text{CaCO}_3/\text{L}$  sólo si se ha determinado por el método de baja alcalinidad.

Se traza una curva de valoración para la normalización de reactivos. Se puede usar indicadores de color para valoraciones de control y rutina si no hay un color ni turbidez que interfieran y para valoraciones preliminares, con el fin de elegir el tamaño de muestra y la resistencia del valorante.

Para el laboratorio de la planta de tratamiento de Villasantana se seleccionó el método SM: 2320 B. Método Valoración por titulación para la determinación de Alcalinidad.



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 3 de 13	

## 4.2. TOMA, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LAS MUESTRAS

Las muestras se recolectan en recipientes de vidrio de borosilicato, fluoruro polímero o polietileno. Para el muestreo simple se debe recolectar mínimo 200 mL. Debido a que las muestras pueden estar sujetas a la acción microbiana y la pérdida o ganancia de CO<sub>2</sub> u otros gases cuando se exponen al aire, analizar las muestras lo más pronto posible, preferiblemente dentro el mismo día. Si se sospecha de actividad biológica analizar dentro de las primeras 6 horas. Evitar la agitación de la muestra y la exposición prolongada al aire. Mantenerla a temperatura  $\leq 6$  °C, deben ser almacenadas a esta temperatura mínimo 24 horas y máximo 14 días.

Para obtener una precisión volumétrica relativamente buena se usa un volumen suficientemente grande de valorante (20 mL o más, de una bureta de 50 mL), mientras se mantiene el volumen de la muestra suficientemente pequeño para obtener puntos finales precisos. Para muestras cuya Alcalinidad sea menor a 1000 mg, como carbonato de calcio (CaCO<sub>3</sub>) /L, se selecciona un volumen con menos de 50 mg de CaCO<sub>3</sub>, de Alcalinidad equivalente, y se titula con Ácido Sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 0,02 N o Ácido clorhídrico (HCl) 0,1 N. Para el método de baja alcalinidad, valore una muestra de 200 mL con 0.02N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

## 4.3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

Los iones hidroxilo presentes en una muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de solutos reaccionan con adiciones de ácido estándar. Por lo tanto, la alcalinidad depende del pH final utilizado. La construcción de una curva de titulación se da registrando la variación del pH con la adición de pequeñas cantidades de valorante.

Para muestras de baja alcalinidad (menos de 20 mg de CaCO<sub>3</sub>/L) utilizar una técnica de extrapolación basada en la casi proporcionalidad de la concentración de iones hidrógeno a un exceso de valorante más allá del punto de equivalencia. La cantidad de ácido estándar necesaria para reducir el pH exactamente 0,30 unidad de pH se mide cuidadosamente. Debido a que este cambio en el pH corresponde a una duplicación exacta de la concentración de iones de hidrógeno, se puede hacer una simple extrapolación para el punto de equivalencia.



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	Código STLABIN-05	Versión 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 4 de 13	

Puntos finales: Cuando la alcalinidad se debe totalmente al contenido de carbonato o bicarbonato, el pH en el punto de equivalencia de la valoración se determina mediante la concentración de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) en ese punto. La concentración de CO<sub>2</sub> depende, a su vez, del total de las especies de carbonato presentes originalmente y de cualquier pérdida que pueda haberse producido durante la valoración. Los valores de pH de la Tabla 1 son sugeridos como los puntos de equivalencia para las concentraciones de alcalinidad correspondientes a miligramos CaCO<sub>3</sub> por litro. La "alcalinidad a la fenolftaleína" es el término empleado tradicionalmente para la cantidad medida por titulación a pH 8,3 independiente del indicador de color, si alguno, se usó en la titulación. La fenolftaleína o el púrpura de metacresol pueden ser usados para la titulación de alcalinidad a pH 8,3. El indicador verde de bromocresol o una mezcla de verde de bromocresol - rojo de metilo puede ser utilizado para pH 4,5.

**Tabla 1.** Valores de pH sugeridos para punto final

Condiciones de prueba	Alcalinidad Total	Alcalinidad Fenolftaleína
Alcalinidad mg CaCO <sub>3</sub> /L:		
30	4.9	8.3
150	4.6	8.3
500	4.3	8.3
Silicatos, fosfatos conocidos o sin conocer	4.5	8.3
Análisis automatizado	4.5	8.3
Residuos industriales	4.5	8.3

#### 4.4. INTERFERENCIAS

Causan interferencias los jabones, materia grasa, sólidos en suspensión o precipitados ya que pueden recubrir el electrodo de vidrio y causar una lenta respuesta. Permita un tiempo adicional entre las adiciones del valorante para permitir que el electrodo se equilibre o limpie los electrodos ocasionalmente. No filtre, diluya, concentre ni altere la muestra.



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 5 de 13	

#### 4.5. CONTROL DE CALIDAD

**Verificación de la Estandarización:** Estandarizar el ácido cada vez que se prepara, luego de preparado, se estandarizar una vez al mes. Si el valor de la normalidad cambia, registrar el nuevo valor en el recipiente y actualizar el valor. Para la estandarización siga el procedimiento descrito en el presente documento. Registrar el volumen consumido en el formato STLABFO-14 "Estandarización de Soluciones".

**Nota:** Antes de realizar los ensayos se debe verificar el pH-metro con soluciones buffer de 4,0-7,0 y 10, unidades de pH, para evaluar la respuesta del electrodo. El valor de la pendiente debe estar ente los valores aceptables de acuerdo al equipo utilizado. Estos valores se registran en formato STLABFO-16 Gráficos de control.

**Verificación de la calibración (CV):** Verifique la calibración analizando periódicamente un estándar de Carbonato de Sodio 50 mg/L y un blanco por lote de 10 muestras analizadas o por día. Verificar que los resultados no excedan el 10 % de su valor real y el valor del blanco no debe superar la mitad del límite de detección del método. Se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, verificando los límites de alerta establecidos.

**Muestra de control de calidad (QCS):** Analice una muestra de control de calidad (QCS) ciega (concentración desconocida) generada de manera externa al menos una vez al año (preferiblemente semestral o trimestralmente). Obtenga esta muestra de una fuente externa al laboratorio y compare los resultados con los resultados de aceptación de ese laboratorio. Si los resultados de la prueba no pasan los criterios de aceptación, investigue por qué, tome acción correctiva, y analizar un nuevo QCS. Repita este proceso hasta que los resultados cumplan con los criterios de aceptación.

Como criterio de aceptación se emplea el valor de desempeño del z-score de  $\pm 2$ , se evalúan los resultados obtenidos durante las participaciones para evaluar la tendencia de los datos.



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 6 de 13	

**Blanco fortificado Laboratorio (LFB):** Se analiza periódicamente un estándar de Carbonato de Sodio 100 mg/L de un lote diferente al utilizado en la estandarización del ácido (segunda fuente). Se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, que los resultados no excedan los límites de ( $\pm 2\delta$ ) y ( $\pm 3\delta$ ).

**Duplicados:** 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 de 20 o menos muestras. El % RPD se calcula en Excel y se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, en donde no deberá exceder de los límites de ( $+ 2\delta$ ) y ( $+ 3\delta$ ).

**Precisión y Error relativo:** Debido a la gran variación en las características de la muestra, antes del análisis, o a contaminantes, o en el muestreo se debió realizar análisis de alcalinidad con muestras provenientes de carbonatos o bicarbonatos en rango de 10 a 500 mg/L obteniéndose una desviación estándar de 1 mg CaCO<sub>3</sub>/L, cuarenta analistas de 17 laboratorios analizaron muestras sintéticas con un incremento de bicarbonato equivalente a 120 mg CaCO<sub>3</sub>/L la titulación tuvo punto final de 4.5 de pH, la desviación estándar fue de 5 mg/L y el sesgo promedio fue de 9 mg/L.

Para soluciones de carbonato de sodio equivalentes a 80 y 65 mg CaCO<sub>3</sub>/L fueron analizados por 12 laboratorios, las desviaciones estándar fueron 8 y 5 mg/L, respectivamente, con sesgo insignificante cuatro laboratorios analizaron 6 muestras con alcalinidades totales de aproximadamente 1000 mg CaCO<sub>3</sub>/L, la desviación estándar agrupada fue de 40 mg/L con una diferencia insignificante entre los procedimientos.

#### 4.6. SEGURIDAD LABORAL

Utilizar los implementos de seguridad, de acuerdo con lo señalado en el Manual de Higiene y Seguridad Laboral STMH-01 (Bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro mixto de vapores ácidos y orgánicos, guantes de caucho) de acuerdo a la actividad



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 7 de 13	

realizada. Se realiza recolección de residuos en recipiente plástico y se rotula para recolección y disposición final con empresa externa.

## 4.7. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

### 4.7.1. EQUIPOS

Para esta metodología se utiliza una bureta digital, agitador magnético y un pHmetro comercial que utilice un electrodo de vidrio que pueda leer 0.05 unidades de pH con ajuste de temperatura automática. Estandarizar y verificar el pHmetro de acuerdo al instructivo de operación del equipo que corresponda.

Para la preparación de soluciones se utiliza una balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

### 4.7.2. REACTIVOS Y ESTÁNDARES

- **Solución de carbonato de sodio, aproximadamente 0.05 N:** Secar 3 a 5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  estándar primario a 250 °C durante 4 h y enfriar en un desecador. Pesar  $2.5 \pm 0.2$  g (al mg más cercano), transferir a un matraz volumétrico de 1 L, llene el matraz hasta la marca con agua destilada, y disuelva y mezclar reactivo. No almacenar más de 1 semana.
- **Solución de ácido sulfúrico estándar o ácido clorhídrico, 0.1 N:** Se miden 2,8 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, se transfieren a un matraz volumétrico que contenga 800 mL de agua destilada, finalmente se afora hasta completar volumen.
- **Estandarización de la solución ácida:** Luego de preparada la solución ácida de aproximadamente 0.1 N, se estandariza con una solución de 40 mL de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.05 N, con aproximadamente 60 mL de agua destilada o desionizada en un vaso de precipitados, introducir el pHmetro, valorar con la solución ácida de 0.1 N potenciométricamente a pH de aproximadamente 5. Levante el electrodo, enjuague en el mismo vaso de precipitados con agua



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	Código STLABIN-05	Versión 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 8 de 13	

destilada, y hervir suavemente durante 3 a 5 min. Enfríe a temperatura ambiente, enjuague el vidrio reloj de la cubierta en el vaso de precipitados y termine de valorar hasta el punto de inflexión del pH= 4.5.

Calcular normalidad:

$$\text{Normalidad, } N = \frac{A \times B}{53 \times C}, \text{ donde:}$$

**A** = g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pesado en un matraz de 1 L

**B** = mL, solución de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> tomada para valoración

**C** = mL de ácido utilizado. Use la normalidad medida en los cálculos o ajústela a 0.1000 N; 1 mL de solución 0.1000 N = 5.00 mg de CaCO<sub>3</sub>.

**Nota:** Diligenciar el formato STLABFO-14 "Estandarización de Soluciones"

- **Ácido sulfúrico estándar o ácido clorhídrico, 0.02 N:** Diluir 200 mL 0.1 N de ácido estándar en un matraz aforado de 1000 mL que contenga agua destilada.
- **Estandarización de la solución ácida 0.02 N:** se estandariza con una solución de 10 mL de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.05 N, con aproximadamente 90 mL de agua destilada o desionizada en un vaso de precipitados, introducir el pHmetro, valorar con la solución ácida de 0.02 N potenciométricamente a pH de aproximadamente 5. Levante el electrodo, enjuague en el mismo vaso de precipitados con agua destilada, y hervir suavemente durante 3 a 5 min. Enfríe a temperatura ambiente, enjuague el vidrio reloj de la cubierta en el vaso de precipitados y termine de valorar hasta el punto de inflexión del pH= 4.5.

**Nota:** Diligenciar en el formato STLABFO-14 "Estandarización de Soluciones".

- **Solución indicadora verde de bromocresol, indicador pH 4.5:** Disuelva 100 mg de verde de bromocresol, sal de sodio, en 100 mL agua destilada.





<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 9 de 13	

- **Solución indicadora mixta de bromocresol verde-rojo de metilo:**

a) Disuelva 100 mg de sal de sodio verde bromocresol y 20 mg sal de sodio rojo de metilo en 100 mL de agua destilada.

b) Disuelva 100 mg de bromocresol verde y 20 mg de rojo de metilo en 100 mL de alcohol etílico al 95% o alcohol isopropílico.

- **Carbonato de Sodio 500mg/L (Estándar segunda fuente - control de calidad):** Secar de 1 a 2 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  durante cuatro (4) horas, deje enfriar en desecador y pese 0,125 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , aforar con agua destilada en matraz de 250 mL.

**Nota:** La solución es estable durante una semana, almacenarla durante este tiempo.

- **Carbonato de Sodio 50mg/L (Estándar segunda fuente - control de calidad):** Medir volumétricamente 10mL de la solución de 500 mg  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  /L en un matraz aforado de 100 mL con agua destilada.

**Nota:** Esta solución se prepara diariamente o cada que se vaya a realizar el control de calidad. Es de esperar que el volumen consumido del ácido sea aproximadamente 5 mL.

#### 4.7.3. MATERIALES

Los recipientes utilizados cambiaran su forma dependiendo del electrodo y del tamaño de la muestra, tenga en cuenta en el momento del análisis la inmersión del electrodo. Durante la titulación, verificar que el vidrio del electrodo no haga contacto con la barra de agitación magnética.

- Beaker 200 mL.
- Pipetas volumétricas
- Matraces volumétricos 1000, 200,100 mL
- Buretas 50,25,10 mL



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 10 de 13	

## 5. DESARROLLO

### 5.1. CAMBIO DE COLOR

Se toma la muestra en un Erlenmeyer, manteniendo la punta de la bureta en la parte interna del Erlenmeyer en la bureta se encuentra el ácido sulfúrico 0.02 N para realizar la titulación, se debe ajustar la muestra a temperatura ambiente, si el cloro residual libre está presente agregar una gota de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1M o destruir con radiación ultravioleta, agregar 5 gotas de solución indicadora mixta y valorar sobre una superficie blanca para poder observar el cambio de color característico de la equivalencia de punto final. Realizar comprobación con solución indicadora comercial usando un rango apropiado de pH (3.7 u 8,3) y así se comprueba el color en el punto final agregando la misma concentración de indicar utilizada, y con una solución tampón en el pH designado.

### 5.2. VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA A pH PRESELECCIONADO

Se determina el pH en el punto final apropiado. Se prepara la muestra y el ensamble de titulación. Se titula hasta el pH de punto final, sin registrar los valores intermedios de pH y sin demoras indebidas. A medida que se aproxima el punto final se hacen adiciones más pequeñas de ácido y se asegura alcanzar el pH de equilibrio antes de añadir más valorante. Registre los volúmenes gastados en el formato previsto para tal fin.

**Determinar el pH de punto final con una valoración potenciométrica de baja alcalinidad:** para alcalinidades menos de 20 mg/L titular muestras de 100 a 200 mL de acuerdo con el procedimiento anterior, usando una bureta de 10 mL y Solución ácida estándar 0.02N. Detener la titulación a un pH en el rango de 4.3 a 4.7 y registrar el volumen y el pH exacto. Agregue cuidadosamente un valorante adicional para reducir el pH exactamente 0.30 unidad de pH y vuelva a registrar el volumen. Registre los volúmenes gastados en el formato previsto para tal fin.

**Advertencia:** La titulación no debe exceder los 5 minutos para evitar la influencia del  $\text{CO}_2$  atmosférico



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	Código STLABIN-05	Versión 01
	Página 11 de 13	

### 5.3. CÁLCULOS Y EXPRESION RESULTADOS

#### 5.3.1. VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA HASTA EL PUNTO FINAL DE pH

$$\text{Alcalinidad, mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times N \times 50\,000}{\text{mL Muestra}}$$

Dónde:

**A** = mL de ácido estándar utilizado,

**N** = normalidad del ácido

$$\text{Ó: Alcalinidad, mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{A \times t \times 1000}{\text{mL Muestra}}$$

Dónde:

**A** = mL de ácido estándar utilizado

**t** = título de ácido estándar, mg de CaCO<sub>3</sub>/mL

#### 5.3.2. VALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA DE ALCALINIDAD BAJA

$$\text{Alcalinidad, mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{(2B - C) \times N \times 50000}{\text{mL Muestra}}$$

Dónde:

**B** = mL de valorante al primer pH registrado

**C** = mL total, valorante para alcanzar pH 0.3 unidad más baja

**N** = normalidad del ácido

**Tabla 2.** Valores de pH sugeridos para punto final

Resultado de la valoración	Alcalinidad a Hidróxido como CaCO <sub>3</sub>	Alcalinidad a Carbonatos como CaCO <sub>3</sub>	Alcalinidad Bicarbonatos como CaCO <sub>3</sub>
P = 0	0	0	T
P < ½ T	0	2P	T - 2P
T	0	2P	0
P > ½ T	2P - T	2(T - P)	0
P=T	T	0	0

Dónde: **P** = alcalinidad de P-fenolftaleína; **T** = alcalinidad total.



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	Código STLABIN-05	Versión 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 12 de 13	

#### 5.4. CÁLCULO DE LAS RELACIONES DE ALCALINIDAD (HIDRÓXIDOS, CARBONATOS Y BICARBONATOS)

Los resultados obtenidos de las determinaciones de alcalinidad de fenolftaleína y alcalinidad total ofrecen un medio para la clasificación estequiométrica de las tres principales formas de alcalinidad presentes en muchas aguas. La clasificación le atribuye toda la alcalinidad a bicarbonato, carbonato e hidróxido y supone la presencia de otros ácidos (débiles) orgánicos o inorgánicos, como ácido silícico, fosfórico y bórico. Presupone además la incompatibilidad de las alcalinidades del hidróxido y el bicarbonato. Debido a que los cálculos se hacen sobre una base estequiométrica, las concentraciones de iones en el sentido más estricto no se ven representadas en los resultados, que pueden diferir significativamente de las concentraciones reales, especialmente a pH >10. De acuerdo al siguiente esquema:

- **Carbonatos ( $\text{CO}_3^{2-}$ ):** Presentes cuando la alcalinidad a la Fenolftaleína (pH 8,3) no es cero, pero es menor que la alcalinidad Total (pH 4,5)
- **Hidróxidos ( $\text{OH}^-$ ):** Presentes cuando la alcalinidad a la Fenolftaleína (pH 8,3) es mayor que la mitad de la alcalinidad Total (pH 4,5)
- **Bicarbonatos ( $\text{HCO}_3^-$ ):** Cuando la alcalinidad presente a Fenolftaleína (pH 8,3) es menor que la mitad de la alcalinidad Total (pH 4,5)

Estas relaciones pueden ser calculadas siguiendo el esquema, donde F es alcalinidad a la fenolftaleína y T es la alcalinidad total.

Se elige el valor más pequeño de P o (T-P). Luego, la alcalinidad del carbonato es igual a dos veces el valor más pequeño. Cuando el valor más pequeño es P, el balance (T-2P) es bicarbonato; cuando el valor más pequeño es (T-P) el balance (2P-T) es hidróxido. Todos los resultados se expresan como  $\text{CaCO}_3$ . La conversión matemática de los resultados se encuentra en la Tabla 3. (En el estándar se ha propuesto una modificación de esta Tabla, más exacta cuando  $P \approx \frac{1}{2} T$ ).



<b>SERVICIUDAD E.S.P</b>	<b>Código</b> STLABIN-05	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Alcalinidad Total, Hidróxidos y Bicarbonatos. SM: 2320 B	Página 13 de 13	

Las relaciones de alcalinidad también se pueden calcular monográficamente. Se mide el pH con exactitud, se calcula la concentración de OH<sup>-</sup> como miligramos de CaCO<sub>3</sub>/L y se calculan las concentraciones de CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> y HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> como miligramos de CaCO<sub>3</sub>/L a partir de la concentración de OH<sup>-</sup> y la alcalinidad de fenolftaleína y alcalinidad total mediante las siguientes ecuaciones:

$$\text{CO}_3^{2-} = 2P - 2[\text{OH}^-]$$

$$\text{HCO}_3^- = T - 2P + [\text{OH}^-]$$

De igual forma, si se encuentra dificultad con el punto final con fenolftaleína o si se desea verificar la titulación con fenolftaleína, se calcula la alcalinidad de esta como CaCO<sub>3</sub>, a partir de los resultados de las determinaciones monográficas de carbonato y las concentraciones de ion hidroxilo:

$$P = \frac{1}{2} [\text{CO}_3^{2-}] + [\text{OH}^-]$$

Registrar el valor obtenido luego de realizar el cálculo de la alcalinidad de la muestra en el formato de Registro de Resultados Primarios STLABFO-029

## 6. REGISTROS

STLABFO-014 "Estandarización de Soluciones"

STLABFO-016 "Gráficos de control"

STLABFO-029 "Registro de Resultados Primarios"

## 7. ANEXOS

### 7.1. REFERENCIAS

- Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. Version vigente. Washington, DC.
- NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración. Última versión