

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA MÉTODO 2320-B</b>	Código: M-S-LC-I029
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 11

## 1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de la alcalinidad en agua, por el método titrimétrico SM 2320 B.

## 2. ALCANCE

Este método es aplicable a agua potable, aguas superficiales, contaminadas y agua residual domestica e industriales.

Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial.

Los siguientes son los resultados obtenidos en la validación del método:

**TABLA 1. DATOS VERIFICACIÓN DE LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD**

<b>CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO</b>			
<b>CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I029</b>			
<b>FECHA DE INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 29-10-2018</b>			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION	5.0	mg CaCO <sub>3</sub> /L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISIÓN EN TÉRMINOS DE % CV	1.12	%	Nivel de concentración bajo STD Eb 10 mg CaCO <sub>3</sub> /L
	0.61	%	Nivel de concentración bajo STD Em 300 mg CaCO <sub>3</sub> /L
	0.97	%	Nivel de concentración alto STD Ea 500 mg CaCO <sub>3</sub> /L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	1.17	%	Nivel de concentración bajo STD 10 mg CaCO <sub>3</sub> /L
	4.64	%	Nivel de concentración media STD 300 mg CaCO <sub>3</sub> /L
	5.72	%	Nivel de concentración alto STD 500 mg CaCO <sub>3</sub> /L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	5.0-600	mg CaCO <sub>3</sub> /L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	5.0-600	mg CaCO <sub>3</sub> /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	N.A	N.A	N.A
	N.A	N.A	N.A
INCERTIDUMBRE %	0.45	95.45 %	

### 3. DEFINICIONES

- **SM:** StandardMethods.
- **Titulación:** método de análisis químico utilizado para determinar la concentración desconocida de un reactivo a partir de un reactivo con concentración conocida.
- **Alcalinidad:** la alcalinidad del agua es la capacidad neutralizadora de ácidos. Es la suma de todas las bases titulables.
- **Blanco de Reactivos o Blanco de Método (MB):** agua ultra pura que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos solventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra.
- **Blanco Fortificado de Laboratorio (LFB):** es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco.
- **Muestra (M):** cada sistema físico que sea sometido a la metodología de análisis.
- **Duplicado de muestra:** es otra alícuota de la misma muestra, tomada cuando la muestra ha sido homogenizada convenientemente. Seleccione aleatoriamente muestras de rutina para ser analizadas dos veces. Independientemente prepare y analice muestras duplicadas. Incluya al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente o con cada lote de 20 muestras o menos.
- **Blanco fortificado (LFB):** es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco. (El LFB son los estándares de control de la técnica).
- **Límite de Detección del Método (LDM):** concentración de analito que, cuando se procesa a través del método completo, produce una señal con una probabilidad del 99% de ser diferente del blanco.
- **Límite de Cuantificación(LCM):** Es la concentración de analito que produce una señal suficientemente más fuerte que el blanco, de modo que se puede detectar con un nivel específico de confiabilidad durante las operaciones de rutina
- **Intervalo o rango de Lectura:** corresponde al intervalo de concentraciones de un analito para el cual se ha estandarizado el método en este laboratorio.

### 4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis químico, revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad de los reactivos.

Utilizar los implementos de seguridad, en la preparación de reactivos. En esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro para vapores ácidos y guantes de nitrilo. Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis.

## 5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

### 5.1. EQUIPOS

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.
- Electrodo pH.
- Bureta digital.
- Agitador magnético
- Plancha de calentamiento.

#### 5.1.1 Verificación de Equipos

Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo.

### 5.2. MATERIALES

- Micro-espátula metálica.
- Erlenmeyer de 125 mL
- Balones aforados de 1L Clase A.
- Balones aforados de 100 mL, 200 mL. Clase A o Clase B.
- Pipetas graduadas de 5 mL, Clase B.
- Pipetas aforadas de 4 mL, 50 mL.
- Probetas 100 mL.
- Barra recubierta de TFE y agitadores magnéticos.
- Pipeta Pasteur.

### 5.3. REACTIVOS

- Agua ultra pura (UP).
- Solución de carbonato de sodio, aproximadamente 0,05 N. Secar de 1 a 1,5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  estándar primario a 250 °C durante 4 h. dejar enfriar en un desecador. El carbonato seco tiene a adquirir carga estática por lo que se aconseja pesar 0,6650 g o una cantidad cercana, exactamente medida, en un vaso de precipitados, diluir y llevar aforar en un bato de 250 mL. (tener en cuenta este peso para el cálculo de la normalidad del ácido). No conservar por más de una semana.
- Ácido sulfúrico estándar 0,10 N: Coloque en un vaso 300 mL de agua ultra pura, Agregue muy lentamente 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado al 98%, deje enfriar y afore a 1 Litro en un balón aforado.
- Ácido sulfúrico estándar 0,02 N: Coloque en un vaso 300 mL de agua ultra pura, adicione 200 mL de ácido sulfúrico 0,10 N y afore a 1 Litro en un balón aforado.
- Indicadores
- Solución indicadora verde de bromocresol:

- Mezcla de solución indicadora verde de bromocresol y rojo de metilo:
- Solución fenolftaleína.

El ácido sulfúrico se debe estandarizar por titulación potenciométrica, tome 4 mL de solución de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,05 N y complete el volumen a 50 mL aproximadamente y titule hasta un pH 5,0. Levante el electrodo y el dispensador de la bureta digital, enjuague en el mismo vaso, tape con un vidrio reloj y hierva suavemente durante 3 a 5 minutos. Deje enfriar a temperatura ambiente, juegue el vidrio reloj en el vaso y termine la titulación hasta pH 4,5. Calcule la normalidad del ácido.

### 5.3.1. PREPARACIÓN ESTÁNDARES DE CONTROL

Los estándares de control se preparan a partir del estándar primario de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , como se muestra en la Tabla PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES DE CONTROL ALCALINIDAD. (Se debe secar 150 mg durante 4 horas y dejar enfriar en un desecador)

PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES DE CONTROL ALCALINIDAD.

CONCENTRACIÓN ESTANDAR (mg/L)	mg estándar primario de $\text{Na}_2\text{CO}_3$	VOLUMEN FINAL (mL)
20	20	1000
100	100	1000

## 6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Durante el muestreo, el almacenamiento o la titulación de la muestra se pueden ganar o perder gases disueltos, tales como  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  o  $\text{NH}_3$ , que contribuyen a la acidez o alcalinidad. Tales efectos se pueden minimizar por titulación inmediata después de abrir el recipiente de la muestra, evitando agitación o mezcla vigorosa, protegiendo la muestra de la atmósfera durante la titulación y no dejando que la muestra se caliente más allá de la temperatura en el momento de recolección.

Los jabones, materia grasa, sólidos suspendidos o los precipitados pueden cubrir el electrodo de vidrio y causar una respuesta lenta. Dejar pasar un tiempo adicional entre adiciones de titulante para permitir que el electrodo llegue al equilibrio o limpiar los electrodos ocasionalmente. No filtrar, diluir, concentrar o alterar la muestra.

### 6.1 Condiciones Ambientales

No se requieren condiciones ambientales controladas, sin embargo, el área donde se realiza el análisis cuenta con un termo higrómetro para controlar temperatura y humedad diariamente y los datos se registran en el documento M-S-LC-F021 formato condiciones ambientales.

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA MÉTODO 2320-B</b>	Código: M-S-LC-I029
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 5 de 11

## 7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Calibración o estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del método (MB)	Blanco fortificado en laboratorio (LFB)	Duplicado	Matriz fortificada en laboratorio (LFM)	Duplicado matriz fortificada en laboratorio (LFMD)
X	X	-	X	X	-	-

Tomado del SM 2020: II (- indica un tipo de control de calidad no es obligatorio para el método).

Para los controles analíticos es importante tener en cuenta:

- Se deben medir con cada lote de 20 o menos muestras.
- Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.
- Efectuar el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.
- Leer los estándares de control establecidos para el método (50 y 500 mg mg CaCO<sub>3</sub>/L). Verifique los estándares de control, si el resultado analítico se encuentra fuera de los límites de control, deben revisarse los estándares de calibración, los reactivos y material de vidrio. El análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema.
- Es necesario leer un duplicado de matriz.
- Dos veces al año leer muestras externas de concentración desconocida.
- Los resultados deben ser reportados en el formato correspondiente a captura de datos de volumetría, y debe ser entregado al líder del grupo de análisis fisicoquímicos.

## 8. DESARROLLO

### 8.1. PRINCIPIO DEL MÉTODO

La alcalinidad del agua es su capacidad de neutralizar ácidos, y es la suma de todas las bases titulables; el valor medido puede variar significativamente con el pH de 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.

Debido a que la alcalinidad de muchas aguas superficiales es primariamente una función del contenido de carbonato, bicarbonato e hidróxido, se toma como un indicador de la concentración de estos constituyentes. 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 irrigación.

Las mediciones de alcalinidad se emplean en la interpretación y control de los procesos de tratamiento de aguas. Las aguas residuales domésticas tienen una alcalinidad menor, o ligeramente mayor, que la del agua de suministro. Los iones hidroxilo presentes en una muestra como resultado de disociación o hidrólisis de solutos reaccionan con adiciones de ácido estándar. En consecuencia la alcalinidad depende del pH de punto final empleado.

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 pH metro o un

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA MÉTODO 2320-B</b>	Código: M-S-LC-I029
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 6 de 11

titulador automático calibrados, o mediante indicadores coloreados. En este último caso, se debe preparar y titular un blanco del indicador.

La construcción de una curva de titulación permite la identificación de puntos de inflexión y capacidad tampón, si existe, y permite determinar la alcalinidad con respecto a cualquier pH de interés. En la titulación de especies básicas simples, como en la estandarización de reactivos, el punto final más exacto se obtiene del punto de inflexión de una curva de titulación. Debido a que la identificación exacta de puntos de inflexión puede ser difícil o imposible en mezclas tamponadas o complejas, la titulación en tales casos se lleva a cabo hasta un punto final de pH arbitrario basado en consideraciones prácticas. Para titulaciones de control rutinarias o estimaciones preliminares rápidas de la alcalinidad, se puede usar el cambio de color de un indicador como punto final.

Para muestras de baja alcalinidad (menor de 20 mg CaCO<sub>3</sub>/L) se aplica una técnica de extrapolación basada en la proporcionalidad aproximada de la concentración de iones hidrógeno por el exceso de titulante más allá del punto de equivalencia. Se mide cuidadosamente la cantidad de ácido estándar requerido para reducir el pH exactamente en 0,30 unidades. Debido a que este cambio de pH corresponde al doble de la concentración de iones hidrógeno, se puede hacer una simple extrapolación del punto de equivalencia.

La alcalinidad está expresada como alcalinidad a la fenolftaleína (P), o como alcalinidad total (T). La primera corresponde al contenido total de hidróxido y carbonato presentes en la muestra, y la segunda, además de los anteriores, incluye el contenido de bicarbonato.

## 8.2. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

Recolecte las muestras en botellas polietileno o de vidrio boro silicato y guárdelas a baja temperatura; llene las botellas completamente y tápelas herméticamente.

Analice las muestras sin demora, antes de un día, si los pH de las muestras son superiores a 8,3, estas muestras son especialmente sensibles a los cambios, debido a que las aguas residuales pueden estar sujetas a acción microbiana y a pérdida o ganancia de CO<sub>2</sub> u otros gases cuando se exponen al aire. Evite la agitación de la muestra y una prolongada exposición al aire.

Para muestras con pH entre 6 – 8 analice antes de 48 horas.

## 8.3. LIMPIEZA DE VIDRIERÍA Y MATERIAL DE CAMPO

Utilice únicamente el material de vidrio aprobado en el control de calidad, para el lavado de material de vidrio se debe seguir el Instructivo para el lavado de material.

## 8.4. EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA

### 8.4.1. ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO

Prenda la bureta digital la cual debe tener la botella con solución de Ácido sulfúrico 0,02 N, realice varias recirculaciones y verifique que el embolo quede sin burbujas. Entre muestras borre la lectura con la tecla Clear y llene el embolo con la tecla Fill. Como se indica en la Guía de Manejo M-S-LC-G005 Bureta digital.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA MÉTODO 2320-B</b>	Código: M-S-LC-I029
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 7 de 11

#### 8.4.2. LECTURA DE LA MUESTRA

##### Volúmenes de las muestras

- Para alcalinidad menor a 50 mg/L (aguas superficiales limpias) tome una alícuota de 100 mL.
- Para Alcalinidades entre 50 y 100mg/L (aguas superficiales limpias o ligeramente contaminadas) tome una alícuota de 50 mL
- Para alcalinidades mayores a 100 mg/L (aguas superficiales contaminadas o aguas residuales) tome una alícuota de 50 o 25 mL. La alícuota de 25 mL debe tomarse en un vaso de 100 mL o menor, para que el sensor del electrodo de vidrio quede sumergido en la muestra.

##### Titulación

- Titule hasta pH 8,3 si el pH de la muestra es superior a este valor a medida que se acerque al punto final, hacer adiciones de ácido más pequeñas y verificar que se alcance el equilibrio de pH antes de adicionar más titulante.
- Registre el valor obtenido en formato de volumetría como el volumen de ácido gastado a pH 8,3 para el cálculo posterior de carbonatos e hidróxidos según el caso.
- Continúe la titulación hasta pH 4,5, a medida que se acerque al punto final, hacer adiciones de ácido más pequeñas y verificar que se alcance el equilibrio de pH antes de adicionar más titulante.
- Registre el valor obtenido en formato de volumetría como el volumen de ácido gastado a pH 4,5 para el cálculo posterior.

NOTA: No deje la muestra expuesta al aire y no la someta a agitación mientras no esté adicionando el titulante (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.02 N), no sirva varias muestras simultáneamente.

#### 8.5. FORMATOS

- M-S-LC-F012 FORMATO CAPTURA DE DATOS
- M-S-LC-F007 FORMATO CONTROL DIARIO DEL MANEJO DE EQUIPOS.
- M-S-LC-F055 CARTA CONTROL DE EXACTITUD
- M-S-LC-F056 CARTA CONTROL DE PRECISIÓN – DUPLICADOS

#### 8.6. CÁLCULOS Y RESULTADOS.

- Para la valoración del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:

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

Donde:

 <b>IDEAM</b> Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA MÉTODO 2320-B</b>	Código: M-S-LC-I029
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 8 de 11

A = g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> en 1000 mL = g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pesados \* 4.

B = mL de solución de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> tomados para la titulación.

C = mL de ácido empleados.

- Valoración potenciométrica al pH del punto final:

$$\text{Alcalinidad mg CaCO}_3 = \frac{A \times B \times 50000}{\text{mL MUESTRA}}$$

A= mL de titulante por muestras

B= Normalidad del ácido estándar.

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

B= título del ácido estándar, mg de CaCO<sub>3</sub> / ml.

- Valoración potenciométrica de baja alcalinidad:

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

Dónde:

B = ml de valorante al primer pH registrado,

C = total de titulante de mL para alcanzar un pH de 0.3 unidades más bajo,

N = Normalidad del ácido.

- Cálculo de las relaciones de alcalinidad.

Los resultados obtenidos a partir de las determinaciones a pH 8,3 y alcalinidad total (pH 4,5) ofrecen un medio de clasificación estequiométrica de las tres formas principales de alcalinidad presentes en muchas aguas.

1) La alcalinidad de carbonato (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) se presenta cuando el volumen de ácido a pH 8,3 und no es 0, sino menor que la total.

2) La alcalinidad de hidróxido (OH<sup>-</sup>) se presenta si el volumen de ácido a pH 8,3 supera la mitad de la total.

3) La alcalinidad de bicarbonato (HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>) se presenta si el volumen de ácido a pH 8,3 es menor de la mitad de la total. Estas relaciones pueden calcularse mediante el siguiente esquema, donde P es el volumen gastado a pH 8,3 y T es el volumen gastado a pH 4,5.

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN AGUA MÉTODO 2320-B</b>	Código: M-S-LC-I029
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 9 de 11

RESULTADO DE LA TITULACION	Alcalinidad de hidróxidos como CaCO <sub>3</sub>	Alcalinidad de Carbonatos como CaCO <sub>3</sub>	Alcalinidad de Bicarbonatos como CaCO <sub>3</sub>
P = 0	0	0	T
P < ½ T	0	2P	T - 2P
P = ½ T	0	2P	0
P > ½ T	2P - T	2 ( T - P )	0
P = T	T	0	0

Clave P = alcalinidad de fenolftaleína o a pH 8,3, T = alcalinidad al metil naranja o a pH 4,5.

## 9. DIAGRAMA

Ver Anexo 1.

## 10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23th edition. American Public Health Association. Washington, DC. 2017. SM 2320-B Método Titrimétrico.

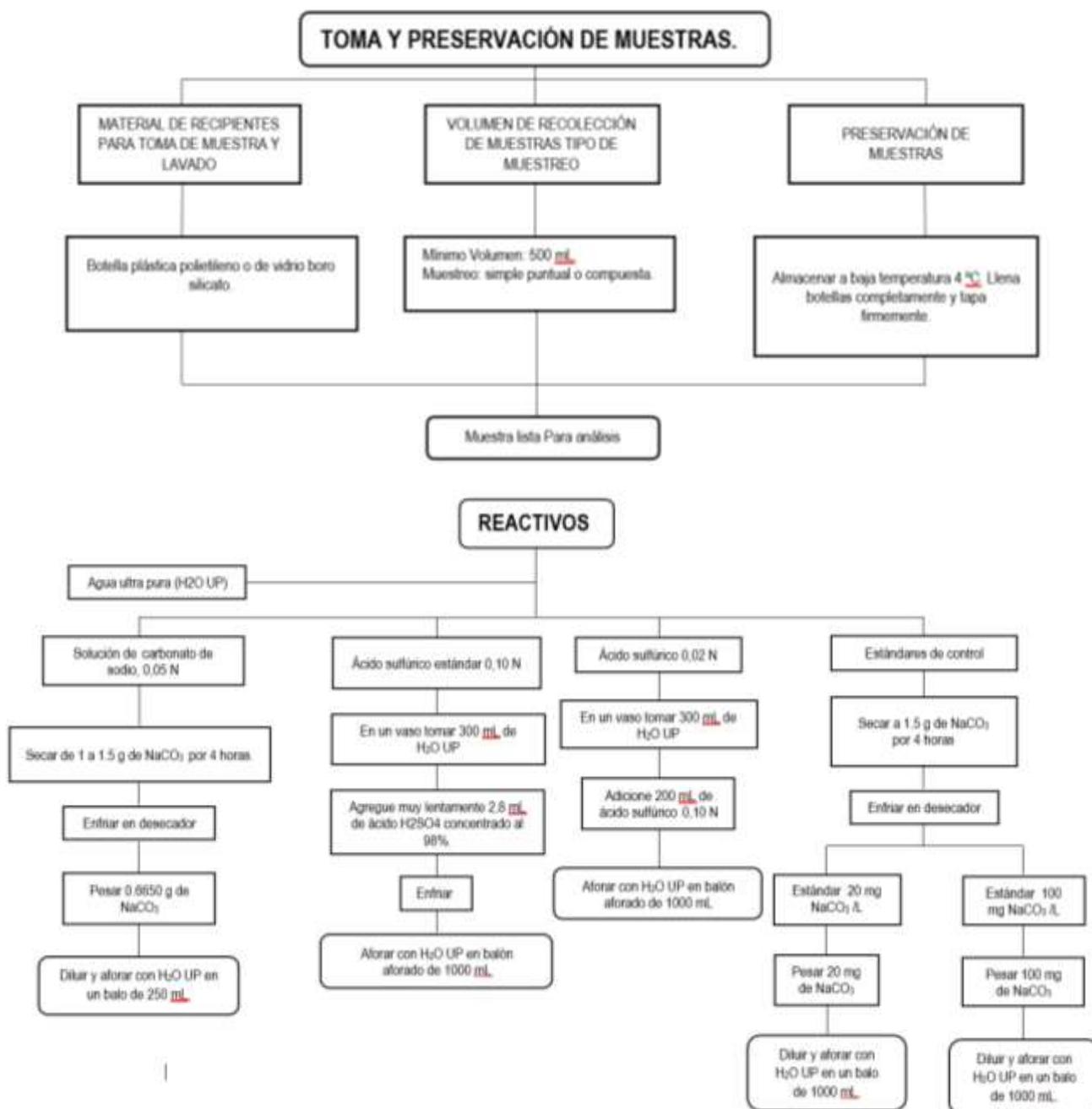
## 11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	10/11/2017	Actualización Método
02	22/03/2019	Actualización versión 23 SM. Incluye datos verificación. <b>Diana Carolina Rosas Wanumen</b>
03	25/03/2020	Actualización de definiciones (3), corrección numeración punto 8,5 e inclusión de formatos en el numeral 8,5, complemento del ítem 6.1 Condiciones ambientales, cambio del cargo que da la aprobación del documento de subdirector de Hidrología a coordinador del Laboratorio. Cambios realizados por Daniel Ignacio Mendoza Velásquez.
04	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
<b>Anyela Lizeth Monsalve Marín</b> Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	<b>Carlos Martín Velásquez Ramírez</b> Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	<b>Jonnathan Danilo Uasapud García.</b> Coordinador Grupo de Laboratorio de Calidad Ambiental

**ANEXO 1.**

**DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD. 2320-B METODO TITRIMETRICO.**





## LECTURA DE LA MUESTRA

En un Beakerde 100 o 200 mL

### 1 ESTANDARIZACIÓN Ácido sulfúrico estándar 0,10 N

Toman 4,0 mL Sin decarbonato  
desodio, 0,05 N diluya hasta 50 mL  
(realice 3 veces)

Titile hasta pH 5.0

Juague el electrodo el dispensador  
de la bureta. Tape con un vidrio reloj,  
y hierva suavemente durante 3 a 5  
minutos.

Deje enfriar

Juague el vidrio reloj en el vaso y  
termine la titulación hasta pH 4,5.

Realice los cálculos (\*) según la fórmula:

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

A = g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> en 1000 mL = g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>  
pesados \* 4.

B = mL de solución de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> tomados para  
la titulación.

C = mL de ácido empleados.

Reportar en el formato de volumetría

### 2 CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Tome el volumen requerido para cada uno de los controles  
requeridos. Estos de deben medir cada lote de 20 muestras o  
menos.

Alcalinidad < 50 mg/L (aguas superficiales limpias) tome 100  
mL.

Alcalinidades entre 50 y 100 mg/L (aguas superficiales limpias o  
ligeramente contaminadas) tome 50 mL.

Alcalinidades >100 mg/L (aguas superficiales contaminadas o  
aguas residuales) tome 50 o 25 mL.

Std 20 (mg /L) = 100 mL

Std 100 (mg /L) = 50 mL

BKO = 100 mL Si el BKO >MQL hacer corrección o repetir.

Blanco fortificado (LFB) = según concentración

Matriz fortificada (LFM) = según concentración

Duplicado de matriz. (Mismo Vol. Muestra según concentración)

### 3 MUESTRAS

Seleccione el volumen de muestra que se requiera:  
Alcalinidad < 50 mg/L (aguas superficiales limpias) tome 100  
mL.

Alcalinidades entre 50 y 100 mg/L (aguas superficiales limpias o  
ligeramente contaminadas) tome 50 mL.

Alcalinidades >100 mg/L (aguas superficiales contaminadas o

Titile hasta pH 8,3 si el pH de lamuestra es superior a  
este valor.

Registre el valor obtenido en formato de volumetría como el volumen de ácido  
gastado a pH 8,3 para el cálculo posterior de carbonatos e hidróxidos según el caso.

Continúe la titulación hasta pH 4,5, a medida que se acerque al punto final, hacer adiciones de  
ácido más pequeñas y verificar que se alcance el equilibrio de pH antes de adicionar más

Registre el valor obtenido en formato de volumetría como el volumen de ácido  
gastado a pH 4,5 para el cálculo posterior.

Realice los cálculos según las fórmulas:

#### Valoración potenciométrica al pH del punto final:

$$\text{Alcalinidad mg CaCO}_3 = \frac{A \times B \times 50000}{\text{mL MUESTRA}}$$

A= mL de titulante por muestras

B= Normalidad del ácido estándar.

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

B= título del ácido estándar, mg de CaCO<sub>3</sub> / ml.

#### Valoración potenciométrica de baja alcalinidad:

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

B = ml de valorante al primer pH registrado,

C = total de titulante de mL para alcanzar un pH de 0.3 unidades más bajo,

N = Normalidad del ácido.

Reportar en el formato de volumetría