

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Contenido

1.	OBJETIVO	2
2.	ALCANCE	2
3.	RESPONABLES	2
4.	TÉRMINOS Y DEFINICIONES	2
5.	REFERENCIA NORMATIVA	2
6.	CONDICIONES GENERALES	3
6.1.	ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL	3
6.2.	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	3
6.2.1	MATERIAL	3
6.2.2	EQUIPOS	3
6.2.3	REACTIVOS	3
6.2.4	PREPARACIÓN DE REACTIVOS	3
6.3	PATRÓN DE REFERENCIA	4
6.4	CONDICIONES AMBIENTALES REQUERIDAS	4
6.5	LIMITACIONES E INTERFERENCIAS	4
6.6	CONTROLES Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD	4
6.7	ESTANDARIZACIÓN	5
6.8	FUNDAMENTO TÉCNICO	6
7	DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA	7
7.2	TOMA, PRESERVACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRA	7
7.3	DESCRIPCION DEL PROCESO DE ANALISIS	7
7.3.1	TRATAMIENTO PRELIMINAR	7
7.3.2	PROCEDIMIENTO CON INDICADOR MUESTRAS CON ALCALINIDAD SUPERIOR A 20 MG/L:	7
7.3.3	PROCEDIMIENTO POTENCIOMÉTRICO MUESTRAS CON ALCALINIDADES SUPERIORES A 20 MG/L	8
7.3.4	PROCEDIMIENTO POTENCIOMÉTRICO MUESTRAS CON ALCALINIDADES MENORES A 20MG/L	8
8	CÁLCULOS	8
9	CONTROLES DE CALIDAD, CRITERIOS DE ACEPTACION Y RECHAZO	9
9.	FORMATOS PARA REGISTRO DEL PROCESO ANALITICO Y DE LOS RESULTADOS	10

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

1. OBJETIVO

Determinar por el método titrimétrico la Alcalinidad Total (bicarbonatos (HCO_3^-) y carbonatos (CO_3^{2-}) de una muestra de agua expresados en carbonato de calcio (CaCO_3).

2. ALCANCE

Este método de análisis aplica a muestras de aguas superficiales, residuales e industriales, lluvias y subterráneas.

3. RESPONSABLES

La ejecución del presente procedimiento es responsabilidad en orden decreciente de la dirección técnica, los analistas de laboratorio y los auxiliares técnicos.

4. TÉRMINOS Y DEFINICIONES

Alcalinidad: Analíticamente la alcalinidad de un agua se define como la capacidad del agua para neutralizar un ácido fuerte, hasta un determinado pH.

Alcalinidad Total: Capacidad del agua para neutralizar ácidos y representa la suma de las bases que pueden ser tituladas. La alcalinidad se determina por titulación con una solución estándar de un ácido mineral fuerte a los puntos sucesivos de equivalencia del bicarbonato y el ácido carbónico ($\text{pH} \approx 4,5-4,3$). La alcalinidad en el agua se expresa como la cantidad equivalente de CaCO_3 en mg/L. Se determina cuando el punto final de la titulación se obtiene un pH de 4,5.

Material De Referencia Certificado: Basado en el documento Criterios Específicos de Acreditación (CEA) del Organismo Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC), un material de referencia debe presentar características homogéneas y estables con respecto a propiedades especificadas, establecido como apto para el uso en una medición de propiedades cualitativas. En lo posible se utiliza material de referencia certificado acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos, con el fin de involucrar esta información dentro de la estimación de la incertidumbre del ensayo.

% DPR: Diferencia Porcentual Relativa.

5. REFERENCIA NORMATIVA

NTC-ISO/IEC 17025:2005, Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

Determinación de Alcalinidad. Método Titrimétrico de EDTA SM 2320B. Métodos estándar para el análisis de agua y aguas residuales - APHA-AWWA-WEF. Edición 23 (2017). p 2-36 a p 2-39.

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

6. CONDICIONES GENERALES

6.1. ASPECTOS DE SALUD Y SEGURIDAD LABORAL

Antes de iniciar el análisis revisar instructivo para el aseguramiento de la calidad de los ensayos en el laboratorio de aguas de la Universidad del Quindío M.EDS-04.LA.INT.14. Utilizar como protección personal delantal de laboratorio, guantes de nitrilo, monogafas. Adicionalmente conocer las Hojas de seguridad de los productos Químicos manejados, y mantenerlas al alcance de todo el personal del Laboratorio de Aguas.

6.2. MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

6.2.1 Material

El material volumétrico para medición utilizado en este método debe ser de clase A con certificado de calibración o verificado de acuerdo con el procedimiento de verificación de material volumétrico.

- Pipetas Aforadas tipo A (Vol. 15 y 20 mL)
- Transferpipeta (100 – 100 µL)
- Transferpipeta (1 – 10 mL)
- Balones Aforados Tipo A
- Vidrio reloj
- Vasos de precipitados 250 mL
- Frasco lavador
- Espátula
- Macropipeteador

6.2.2 Equipos

Los equipos deben ser verificados y/o ajustados de acuerdo con el instructivo. Registrar los resultados en el formato de verificación correspondiente.

- Tituladores automáticos
- Nevera
- Balanza Analítica
- Agitador
- Equipo Desionizador
- Estufa
- Potenciómetro

6.2.3 Reactivos

- Carbonato de sodio (Na_2CO_3) aproximadamente 0,05 N. Material de referencia certificado (MRC).
- Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) 0.1 N
- Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,02 N
- Solución indicadora mixta de verde de bromocresol y rojo de metilo.
- Solución indicadora de fenolftaleína al 1%

6.2.4 Preparación de Reactivos

- **Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) 0,1 N:** En un vaso de precipitado de 200 mL, tome 100 mL de agua desionizada y diluya 2,72 mL de ácido sulfúrico concentrado (96%-98%) (Manipule con precaución) y transfíralo

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

cuantitativamente a un balón aforado de 1000 mL (asegúrese de la temperatura de la solución antes de transferirla al balón; para no ocasionar dilatación del balón) y complete a volumen.
Nota: Cuando la solución del ácido es 0,1 N, 1 mL de ácido = 5 mg de CaCO_3 .

- **Ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,02N:** Diluir 200 mL de ácido sulfúrico 0,1 N a un balón aforado de 1000 mL y complete con agua desionizada.
- **Solución indicadora de verde de bromocresol:** Disolver 100 mg de verde de bromocresol sal sódica y completara 100 mL .
- **Solución indicadora de fenolftaleína al 1%:** Disolver 0,5 g de fenolftaleína en 50 mL de etanol (absoluto) y aforar 100 mL con agua desionizada.

6.3 PATRÓN DE REFERENCIA

- **Patrón de referencia solución de Carbonato de Sodio 0,05N (2500mg/L):** Secar entre 3 a 5 g de Carbonato de sodio (Na_2CO_3) estándar primario a 250°C por 4 horas en horno de secado, enfriar en un desecador. Pesar 2,5g $\pm$ 0,2g (al mg más cercano). Transferirlo a un balón volumétrico de 1000 mL y aforar con agua desionizada. Esta solución no es estable por más de una semana.
- **Estándar de Carbonato de Sodio 10 mg/L (2500 mg/L):** Medir 0,4 mL de la solución de carbonato de sodio 0,05 N y aforar a 100 mL con agua desionizada.
- **Estándar de Carbonato de Sodio 50 mg/L (2500 mg/L):** Medir 2 mL de la solución de carbonato de sodio 0,05 N y aforar a 100 mL con agua desionizada.
- **Estándar de Carbonato de Sodio 500 mg/L (2500 mg/L):** Medir 20 mL de la solución de carbonato de sodio 0,05 N y aforar a 100 mL con agua desionizada.

Todo lo anterior se registra en el formato M.EDS-04. LA.F.03 Preparación de reactivos.

6.4 CONDICIONES AMBIENTALES REQUERIDAS

Evite la agitación de la muestra y prolongada exposición al aire.

6.5 LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Jabones, materia aceitosa, sólidos en suspensión o precipitados pueden recubrir el electrodo de vidrio y causar una respuesta lenta. Deje tiempo adicional entre adiciones de titulante para permitir que el electrodo llegue al equilibrio o limpie los electrodos ocasionalmente. Por último, se advierte que las muestras no se deben filtrar, diluir, concentrar o alterar. Además, evite la agitación de la muestra y prolongada exposición al aire.

6.6 CONTROLES Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente Tabla 1.

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Tabla 1. Control de calidad necesarios para la técnica Alcalinidad Total

Calibración o estandarización	Muestra Control (QCS)	Blanco del Método (MB)	Blanco Fortificado (LFB)	Duplicado	LFM
X	X	-	X	X	-

Lave toda la vidriería con jabón neutro, lavar con abundante agua de grifo y enjuague muy bien con agua desionizada.

Verificación de calibración - estandarización: se realiza una estandarización del reactivo titulante (Ácido Sulfúrico (H_2SO_4)) con el material de referencia certificado (Carbonato de Calcio) mensualmente o, cuando sea requerido (Nueva disolución, posible contaminación, entre otros).

Estándares: Se usa para evaluar el desempeño del laboratorio y la recuperación del analito en una matriz en blanco. Preparar un estándar de concentración de al menos 10 veces el LDM, el punto medio de la curva de calibración u otra concentración especificada en el método.

Se debe calcular el porcentaje de error, mediante la siguiente ecuación:

$$\%Error = \frac{\text{Concentración calculada} - \text{Concentración teórica}}{\text{Concentración teórica}} * 100\%$$

El porcentaje de error debe ser $\leq 10,0\%$. En caso de que se encuentre por fuera del límite de control, se debe preparar y analizar nuevamente el estándar y tomar las medidas correctivas que sean necesarias (preparar nuevas soluciones, verificar la limpieza del material).

La concentración de los estándares de control del método se especifica en cada método. Los resultados se deben graficar y se debe verificar que cumplan con los criterios de aceptación, que se indican a continuación.

Análisis de duplicados en el laboratorio de aguas: De manera aleatoria seleccionar muestras de rutina para ser analizadas por duplicado, si el duplicado se le hace a una muestra adicionada, se puede hacer sobre una muestra preparada preservada con anterioridad; incluir un mínimo de un duplicado para cada tipo de matriz con cada lote de 20 muestras o menos.

Determinar el Índice de Correlación entre los duplicados de la siguiente manera:

$$IC = \frac{\text{Concentración menor}}{\text{Concentración mayor}} * 100\%$$

El IC debe ser $> 95 \%$. Si los resultados de los duplicados están por fuera de los límites de control, se debe preparar y analizar nuevamente la muestra y tomar las medidas correctivas que sean necesarias (por ejemplo, un nuevo análisis de las muestras) y se procede a documentar como un trabajo no conforme.

6.7 ESTANDARIZACIÓN

- **Solución Ácido Sulfúrico 0,1 N:** Tomar 40,0 mL de la solución de carbonato de sodio (Na_2CO_3) 0,05 N y pasar a un beaker de 250 mL que contiene cerca de 60 mL de agua purificada. Titular

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

potenciométricamente con H_2SO_4 0,1 N hasta pH 5 unidades, adicionando ácido en incrementos de 0,5 mL o menos, de tal manera que se produzca un cambio de menos de 0,2 unidades de pH por adición. Retirar el electrodo y enjuagar dentro del mismo beaker. Dejar en ebullición suave por 3 – 5 minutos cubriendo con un vidrio reloj, enfriar a temperatura ambiente y enjuagar el vidrio reloj dentro del mismo beaker. Continuar la titulación hasta el punto de inflexión del pH (4.5 unidades de pH).

Nota: Cuando la concentración del ácido es exactamente 0.1 N, 1 mL de ácido = 5 mg/ L de CaCO_3 .

- **Ácido Sulfúrico 0,02 N:** Tomar 15,0 mL de la solución de carbonato de sodio (Na_2CO_3) 0,05 N y pasar a un beaker de 250 mL y proceder como en el paso anterior.

Nota: Cuando la concentración del ácido exactamente 0,0200 N. 1mL de ácido = 1mg/L de CaCO_3 .

- **Cálculo de estandarización**

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

Donde:

N= es la normalidad del ácido usado, equivalentes/L.

A= gramos de carbonato de sodio (Na_2CO_3) pesados y disueltos en matraz de 1000 mL ($2,5 \pm 0,2$ g)

B =mL de solución de carbonato de sodio (Na_2CO_3) tomados para la titulación (40 mL)

C =ml de ácido gastado en la titulación.

53,00= son los gramos por equivalente de carbonato de sodio. Peso equivalente del Na_2CO_3 (g/eq-g).

- **Curva potenciométrica:** Lave el electrodo y los recipientes de titulación con agua tipo reactivo, seleccione el volumen de la muestra y la normalidad de acuerdo a la concentración del titulante (ácido sulfúrico). Deje que la muestra se encuentre a temperatura ambiente, si es necesario, con una pipeta descargue la muestra mientras la pipeta está cerca al fondo del recipiente de titulación. Mida el pH de la muestra, y empiece a adicionar el titulante en incrementos de 0.5 mL o menos, o cuando la cantidad de ácido adicionada sea suficiente para disminuir 0.2 unidades de pH (durante el proceso de adición del titulante la muestra debe ser agitada suavemente con un agitador magnético), después de cada adición mida el pH. La información resultante de este proceso se registra en el “M.EDS-04. LA.F.11 curva de estandarización potenciométrica”, en este registro se debe calcular el $\Delta \text{pH} / \Delta \text{mL}$ adicionados de valorante, el valor más alto corresponde al punto de inflexión.

En caso de que se requiera hacer una nueva estandarización del reactivo o una confirmación de la concentración, se realiza mediante titulación al punto final pH 4,5 por triplicado y se reporta en el “M.EDS-04. LA.F.04 Estandarización de reactivos”. No filtre, diluya, concentre ni altere la muestra.

6.8 FUNDAMENTO TÉCNICO

La alcalinidad de un agua es su capacidad de neutralización de ácido. Es la suma de todas las bases valorables. El valor medido puede variar significativamente con el pH del punto final utilizado. La alcalinidad es una medida de una propiedad agregada del agua y puede interpretarse en términos de sustancias específicas solo cuando se conoce la composición química de la muestra.

La alcalinidad es importante en muchos usos y tratamientos de aguas naturales y aguas residuales. Debido a que la alcalinidad de muchas aguas superficiales es principalmente una función del contenido de carbonato, bicarbonato e hidróxido, se toma como una indicación de la concentración de estos constituyentes. Los valores

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

medidos también pueden incluir contribuciones de boratos, fosfatos, silicatos u otras bases, si están presentes. La alcalinidad en exceso de las concentraciones de metales alcalinotérreos es significativa para determinar la idoneidad de un agua para riego. Las mediciones de alcalinidad se utilizan en la interpretación y el control de los procesos de tratamiento de agua y aguas residuales. Las aguas residuales domésticas sin procesar tienen una alcalinidad menor o ligeramente mayor que la del suministro de agua.

El bicarbonato constituye la forma química de mayor contribución a la alcalinidad, dicha especie iónica y el hidróxido son particularmente importantes cuando hay gran actividad fotosintética de algas o cuando hay descargas industriales, pues constituye el sistema amortiguador del agua que impide los cambios bruscos de pH por la adición de vertimientos ácidos o alcalinos.

7 DESCRIPCIÓN DE LA METODOLOGÍA ANALÍTICA

7.1 TOMA, PRESERVACIÓN, TRANSPORTE Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRA

Tomar 100 mL de las muestras en frascos de vidrio de polietileno o borosilicato y guardarlas a baja temperatura. Llene las botellas completamente y tape herméticamente. Debido a que las muestras de agua pueden estar sujetas a la acción microbiana y perder o ganar CO₂ u otros gases cuando se expone al aire, analice las muestras lo más pronto posible, preferiblemente dentro de un día. Evitar agitación y exposición prolongada al aire. Si se sospecha una actividad microbiana analice dentro de 6 horas. Las muestras serán marcadas en el "M.EDS-04. LA.F.05 Rótulo de Muestras", mediante un código único el cual será su identificación durante su permanencia en el laboratorio de acuerdo a la información registrada en el "M.EDS-04. LA.F.06 Registro de Ingreso de muestras"

7.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE ANALISIS

7.2.1 Tratamiento Preliminar

Tomar 100 mL de muestra con Probeta o Pipeta Volumétrica. Para obtener una buena precisión volumétrica, la muestra no se debe filtrar, diluir, concentrar o alterar. En caso de que la muestra se encuentre refrigerada se debe esperar a que alcance la temperatura ambiente y descargar a vaso de precipitado de 250 mL.

7.2.2 Procedimiento con indicador Muestras con alcalinidad superior a 20 mg/L:

Alcalinidad a la fenolftaleína (cuando se mide con indicadores: Adicionar 3 gotas de fenolftaleína, agitar constante, uniforme y suavemente, si no aparece color, la alcalinidad a la fenolftaleína (P) es igual a cero, si aparece un color rosa, empleando una bureta con ácido sulfúrico titular gota a gota hasta desaparición de color generado por el indicador. La titulación debe llevarse hasta un punto final de pH (con un potenciómetro) igual a 8,3. En la medida que se acerque al punto final realizar pequeñas adiciones de ácido y esperar a que el pH alcance el equilibrio, antes de hacer nuevas adiciones. Anotar el volumen de ácido gastado que corresponda a la alcalinidad a la fenolftaleína.

Alcalinidad total: Agregar 4 gotas de indicador mixto y mezclar, si aparece un color rosa champaña, la alcalinidad total (T) es igual a cero, pero si el color desarrollado es azul empleando una bureta con ácido sulfúrico, titule gota a gota hasta la muestra de color azul con agitación moderada hasta la aparición del color rosa champaña. Para la mejor visualización de este color se recomienda utilizar un blanco con agua desionizada y restar luego este valor del gasto de la muestra. La titulación debe llevarse hasta un punto final de pH (con un potenciómetro) igual a pH 4,5 si es la alcalinidad total. En la medida que se acerque al punto

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

final realizar pequeñas adiciones de ácido y esperar a que el pH alcance el equilibrio, antes de hacer nuevas adiciones, reportar el volumen gastado.

Antes de proceder a la titulación se deben tener en cuenta las siguientes observaciones:

- La muestra debe estar a temperatura ambiente.
- El volumen de muestra que se tome, no debe consumir más de 20 mL de la solución Titulante.
- Utilizar un volumen de reactivo suficiente (40% del valor nominal de la bureta) para obtener una precisión volumétrica relativamente buena.
- Para muestras con valores de alcalinidad menores de 200 mg/L de CaCO_3 realizar una titulación con H_2SO_4 0,02 N.
- Para muestras con valores de alcalinidad mayores de 200 mg/L de CaCO_3 realice una titulación con H_2SO_4 0,1 N.
- Para alcalinidades altas se aplicará el procedimiento definido para realizar la determinación de Alcalinidad Total
- Si se requiere conocer, la alcalinidad debida al bicarbonato, al carbonato y a los hidróxidos, se debe realizar las determinaciones para la alcalinidad a la fenolftaleína y la total y realizar los cálculos como se describe en la tabla.

7.2.3 Procedimiento potenciométrico Muestras con alcalinidades superiores a 20 mg/L

Medir 100 mL y transferir la muestra a un vaso de precipitado de 250 mL titular 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. Registrar este valor como el volumen de ácido gastado a pH 8,3 (alcalinidad a la fenolftaleína) Continuar 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.

7.2.4 Procedimiento potenciométrico Muestras con alcalinidades menores a 20mg/L

Medir 100 mL y transferir la muestra a un vaso de precipitado de 250mL, las muestras no se deben filtrar, diluir, concentrar o alterar, adicionar un agitador y empleando una bureta con ácido sulfúrico 0,02 N titular gota a gota hasta obtener un pH en un rango de 4,3 – 4,7 y registrar el volumen de ácido adicionado (B) y el valor de pH exacto y estable marcado por el potenciómetro en el rango requerido. Cuidadosamente continuar la adición gota a gota de ácido 0,02 N estándar para así reducir el pH 0,3 unidades y registrar el volumen total (C).

8 CÁLCULOS

Cuando la alcalinidad es menor de 20 mg/L se emplea la siguiente expresión:

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

Dónde:

B= Volumen de H_2SO_4 gastado (mL) hasta pH 4,3 – 4,7

C = Volumen total de H_2SO_4 gastado (mL), (B + mL de ácido para reducir pH en 0,3 unidades)

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

N = Normalidad de la solución del ácido Sulfúrico. (eq-g/L)

50 = peso equivalente (mg/eq-g) de CaCO_3 mg/L *1000 factor de conversión de g a mg.

V = Volumen de la muestra en mL

Nota: El volumen de ácido gastado en el blanco se resta del volumen total de ácido gastado solo en caso de los estándares.

Para alcalinidades mayores a 20 mg/L se emplea la siguiente expresión:

$$\text{Alcalinidad CaCO}_3 \frac{\text{mg}}{\text{L}} = \frac{A \times N \times 50000}{V}$$

A = Volumen total de H_2SO_4 gastado (mL)

N = Normalidad de la solución del ácido Sulfúrico. (eq-g/L)

50 = peso equivalente (mg/eq-g) de CaCO_3 mg/L *1000 factor de conversión de g a mg.

V = Volumen de la muestra en mL.

Toda la información referente a la prueba se registra en el M.EDS-04. LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos.

Cálculo de Relaciones de Alcalinidad:

Tabla 1 - Relaciones de Alcalinidad

P = alcalinidad de la fenolftaleína (mg/L CaCO_3)

T = alcalinidad total (mg/L CaCO_3)

- Si la alcalinidad de la fenolftaleína es igual a cero, toda la alcalinidad de la muestra se debe a los bicarbonatos.
- Si la alcalinidad de la fenolftaleína es menor que la mitad de la alcalinidad total, aporte a la alcalinidad se debe a los carbonatos y a los bicarbonatos y su relación se calcula según tabla 1.
- Si la alcalinidad de la fenolftaleína es igual a la mitad de la alcalinidad total, el aporte a la alcalinidad sólo se debe a los carbonatos, pero si es mayor, el aporte se debe a los carbonatos y a los hidróxidos. Por último, si el valor de las alcalinidades P y T es igual, la alcalinidad se debe únicamente a los hidróxidos.

9 CONTROLES DE CALIDAD, CRITERIOS DE ACEPTACION Y RECHAZO

Para aquellos valores que sean inferiores al Límite de cuantificación de método se informara "<LCM mg/L" (valor a definir después de haber realizado análisis estadístico). La dirección técnica del laboratorio revisa la información consignada en los registros y autoriza para el procesamiento de informes.

Por cada lote de 20 muestras o menos se deben realizar los siguientes controles:

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Tabla 1. Controles por cada lote de 20 muestras o menos

Resultado de la Titulación	Hidróxidos mg/L CaCO_3	Carbonatos mg/L CaCO_3	Bicarbonatos mg/L CaCO_3
$P = 0$	0	0	T
$P < \frac{1}{2} T$	0	2P	$T - 2P$
$P = \frac{1}{2} T$	0	2P	0
$P > \frac{1}{2} T$	$2P - T$	$2(T - P)$	0
$P = T$	T	0	0

Funcionamiento del electrodo

- Verificar el comportamiento del electrodo del titulador mediante la lectura de 2 soluciones de pH de 4 y 7, la lectura de éstas soluciones debe ser el valor nominal $\pm 0,05$ UN, en caso contrario ajustar la curva del electrodo
- Revisar los valores de la pendiente (entre 50 a 65 mV/pH), asimetría (± 40 mV) y sensibilidad de la curva (entre 86% a 110%) del último ajuste del electrodo y diligenciar en el Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos (M.EDS-04. LA.F.01).

Antes de iniciar el análisis:

- Cartas de control, con estándar de material certificado:
- Estándar de Carbonato de Sodio 10 mg/L
- Estándar de Carbonato de Sodio 50 mg/L (Para alcalinidades inferiores o iguales a 200 mg/L)
- Estándar de Carbonato de Sodio 500 mg/L (Para alcalinidades superiores a 200 mg/L)
- Estos estándares se grafican en las cartas de control del método (M.EDS-04. LA.F.02)

Junto con el lote de muestras: analizar un duplicado de una muestra escogida aleatoriamente para evaluar el Índice de Correlación (IC) el cual debe ser superior al 95%.

Al finalizar el análisis

- Estándar de Carbonato de sodio preparado de segunda fuente (diferentes del material de referencia certificado con el que se estandariza el ácido sulfúrico) de 110 mg/L el cual debe presentar un error relativo inferior al $\pm 10\%$.

La Dirección técnica evaluará los resultados y tendencias de las cartas de control, patrones, duplicados y blancos y documentará y tomará las medidas que sean necesarias cuando se encuentre alguna situación que lo amerite, tal como se establece en el instructivo de Aseguramiento de la calidad (M.EDS-04.LA.INT.14)

9. FORMATOS PARA REGISTRO DEL PROCESO ANALITICO Y DE LOS RESULTADOS

M.EDS-04.LA.F.01 Registro datos primarios ensayos fisicoquímicos

M.EDS-04.LA.F.02 Carta de control del método

M.EDS-04.LA.F.03 Preparación de reactivos

M.EDS-04.LA.F.04 Estandarización de reactivos

M.EDS-04.LA.F.05 Rótulo de Muestras

M.EDS-04.LA.F.06 Registro de Ingreso de muestras

M.EDS-04.LA.F.11 Curva de estandarización potenciométrica

INSTRUCTIVO PARA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN EL LABORATORIO DE AGUAS DE LA
UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO

Elaboró: Andrea Gómez Mejía- Auxiliar Laboratorio	Revisó: Lina Marcela León Gallón – Dirección técnica laboratorio aguas Diana Milena Cardona Lindo – Profesional Apoyo Acreditación de laboratorios	Aprobó: Luis Fernando Polanía Obando – Vicerrector de Extensión y desarrollo Social
<u>Fecha:</u> 2019/12/10	<u>Fecha:</u> 2020/02/12	<u>Fecha:</u> 2020/02/20