


aoxlab	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

Procedimiento de Determinación de alcalinidad total en agua potable


AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-042 Procedimiento de determinación de alcalinidad total en agua potable.

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Salomé Medina Ávila	Analista físicoquímica		2024-10-21
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora de Calidad		2024-10-23
Aprobó:	Jonatan Zárate Álvarez	Director Técnico		2024-10-23
Localización del documento:		Plataforma SGC		


Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2022-08-08	1	Ninguno (versión original).	DPP	APPP	YELP
Obsoleto	2023-06-26	2	Se actualiza y se ajusta según documento normativo.	MSMA	APPP	DPP
Obsoleto	2023-10-06	3	Se actualiza a las directrices de la versión 24 de la referencia normativa	MSMA	APPP	DPP
Vigente	2024-10-23	4	Se incluye el numeral 4.2.2 Reporte LIMS Analítica	MSMA	APPP	JOZA


	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

ÍNDICE

1. OBJETIVO Y ALCANCE	5
1.1 Objetivo.....	5
1.2 Alcance.....	5
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES	5
2.1 Definiciones.....	5
2.2 Notaciones.....	6
3. REFERENCIAS	6
4. DESARROLLO	7
4.1 Manejo de ítems de ensayo.....	7
4.1.1 Inspección visual.....	7
4.1.2 Estabilización.....	7
4.1.3 Verificación de equipos.....	7
4.1.4 Medidas de seguridad.....	7
4.1.5 Interferencias.....	8
4.1.6 Equipos.....	8
4.2 Reactivos y/o soluciones.....	8
4.2.1 Agua libre de dióxido de carbono.....	8
4.2.2 Carbonato de Sodio alta pureza:.....	8
4.2.3 Ácido Sulfúrico 96,1%:.....	8
4.2.4 Solución de Carbonato de Sodio 2500 mg CaCO ₃ /L (0.05N):.....	8
4.2.5 Estándar de ácido Sulfúrico o ácido clorhídrico (0.1 N):.....	8
4.2.6 Estándar de ácido Sulfúrico o ácido clorhídrico (0.02 N):.....	9
4.2.9 Indicador verde de bromocresol:.....	9
4.2.10 Solución indicadora de verde de bromocresol indicador de pH 4,5:.....	9
4.2.11 Indicador rojo de metilo:.....	9
4.2.12 Indicador mixto de verde de bromocresol y rojo de metilo:.....	10
4.2.12.1 Acuosa:.....	10
4.2.12.2 Alcohólica:.....	10
4.3 Instrucciones de ensayo.....	10
4.3.1 Preparación de la muestra.....	10
4.3.2 Selección del tamaño de la muestra.....	10
4.3.3 Procedimientos de determinación.....	10

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

4.3.3.1	Procedimiento de determinación por cambio de color.....	10
4.3.3.2	Procedimiento de determinación por titulación potenciométrica a un pH preseleccionado.....	11
4.3.3.3	Procedimiento de determinación por titulación potenciométrica de alcalinidad baja..	11
4.4	INFORME.....	11
4.4.1	Registro de datos:.....	11
4.5	Cálculos.....	12
4.5.1	Alcalinidad total para el procedimiento por cambio de color y por titulación potenciométrica a un pH preseleccionado.....	12
4.5.2	Alcalinidad total para el procedimiento de alcalinidad baja.....	12
4.6	Aseguramiento de calidad.....	12
6	RESPONSABILIDADES.....	14
6.1	Director de Calidad.....	14
6.1	Director Técnico.....	14
6.1	Líder de Laboratorio.....	14
6.2	Analistas.....	14
7	FORMATOS RELACIONADOS.....	14
8	ANEXOS.....	14

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar el ensayo de determinación de alcalinidad total en agua, de acuerdo con los lineamientos establecidos por SM 2320 B. [4] y siguiendo los requisitos establecidos en la norma ISO/IEC 17025:2017[1]

1.2 Alcance.

Aplica para el personal técnico del Laboratorio.

Prueba o ensayo	Documento normativo	Intervalo de aplicación	Técnica o Método
Determinación de alcalinidad total	SM 2320 B.	8,70 mg CaCO ₃ /L – 500 mg CaCO ₃ /L	Volumetría

Este método se aplica para las siguientes matrices:

- Agua tratada (agua potable y envasada)
- Agua cruda (superficial natural)

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

Calibración [3].

Operación que, bajo condiciones especificadas, en un primer paso, establece una relación entre los valores de las magnitudes con su incertidumbre de medición provista por patrones de medición asociadas y, en segundo paso, usa esta información para establecer una relación para obtener un resultado de medición de una indicación

Desviación Estándar Relativa (DSR. %) [*]


Estimador del grado de dispersión de medidas repetidas. Se calcula como:

$$DSR \% = \frac{D.S.}{x} X 100$$

Donde D.S. es la desviación estándar de las réplicas y x es el promedio de estas

Error relativo porcentual (E.R.%) [*]

Estimador del sesgo de una medición. Se calcula como:

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

$$b \% = E.R. \% = \frac{x - X_{ref}}{X_{ref}} \times 100$$

Donde X_{ref} es el valor teórico o aceptado como verdadero y x es el promedio de estas.

Documento [3].

Información y su medio de soporte

Ensayo/prueba [3].

Determinación de una o más características de acuerdo con un procedimiento

Procedimiento [3].

Forma especificada para llevar a cabo una actividad o proceso

Alcalinidad [4].

La alcalinidad del agua es su capacidad para neutralizar ácidos. Es la suma de todas las bases titulables

2.2 Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:


“Laboratorio”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S.

“Servicios”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“Ítem”: se refiere a los objetos o materiales bajo ensayo.

3. REFERENCIAS.

- [1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.
- [2] ISO 9001 :2015 Quality management systems — Requirements Systemes de management de la qualité — Exigences.
- [3] ISO 9000:2015 Quality management systems — Fundamentals and vocabulary.
- [4] Lipps, W R., Baxter, T. & Braun E. (2023). Standard methods for the examination of water and wastewater. 24th edition. Washington, D.C., American Public Health Association. (2320 B. Titration Method)

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

4. DESARROLLO.

4.1 Manejo de ítems de ensayo

Para la identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte de la muestra, se siguen las instrucciones dadas en el procedimiento PROC-TC-008 "Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio". Las muestras deben ser tomadas mediante toma puntual en envase de polietileno o vidrio y debe contarse con un volumen mínimo de 300 mL. Las muestras deben preservarse mediante refrigeración a una temperatura inferior a 6°C y se recomienda analizarlas dentro de las 24 horas posteriores a la toma de la muestra. En ningún caso, debe analizarse en un tiempo superior a 14 días.

4.1.2 Inspección visual

Al recibirse la muestra en el Laboratorio, ésta es inspeccionada a fin de asegurar que las condiciones de cantidad, empaque y preservación se mantienen, conforme lo indicado en el procedimiento en el numeral anterior y en el documento PROC-TC-008 "Procedimiento de aseguramiento de integridad de los ítems bajo servicio"

4.1.3 Estabilización

Los ítems de ensayo, patrones y controles de calidad deben atemperarse con suficiente antelación de tal manera que se encuentren en equilibrio térmico con el ambiente en el cual se ejecutaron los ensayos.


4.1.4 Verificación de equipos

A fin de confirmar que los equipos a utilizar en el ensayo se encuentran en condiciones adecuadas para realizar el servicio, se inspecciona que se haya realizado la verificación diaria de la balanza analítica y las verificaciones de las micropipetas y dosificadores que se usarán. Para asegurar la calidad de los resultados, es necesario que el pH metro se encuentre calibrado y al día en sus controles, de acuerdo con lo especificado en el programa de mantenimiento y calibración del laboratorio. Para lo anterior, se debe verificar que la etiqueta de calibración y mantenimiento de los equipos se encuentre vigente. En caso de requerirse, compruebe la información relativa a los equipos en la plataforma Analítica

4.1.5 Medidas de seguridad.

Se deben seguir las siguientes medidas de seguridad antes y durante la realización del servicio:

Verificar que todos los reactivos preparados en el laboratorio al momento de realizar el ensayo o los que se encontraban almacenados se encuentren vigentes e identificados con la información necesaria, empleando el formato FOR-TC-024 "Formato para rotular reactivos elaborados en el laboratorio". En caso de que se encuentre alguna anomalía al respecto, avisar a la Dirección Técnica a través del Líder de Laboratorio.

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

Durante el análisis tener en cuenta que se debe seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar ningún parámetro.

Tener en cuenta las instrucciones dadas en el reglamento interno de trabajo PROC-GC-015 "Procedimiento Reglamento Interno de Trabajo", capítulo XIII.

4.1.6 Interferencias

Los jabones, materia aceitosa, solidos suspendidos y precipitados pueden ensuciar el electrodo y causar una respuesta demorada. En estos casos se debe dar mayor tiempo para que el electrodo entre en equilibrio o limpiar el electrodo de manera ocasional. De ninguna manera diluir, filtrar, concentrar o en general alterar la muestra.

4.1.7 Equipos

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes patrones de referencia, equipos y componentes clave.

- Frasco de titulación. (Beaker 200 mL o Erlenmeyer de 125 a 250 mL según sea conveniente)
- pH metro con exactitud de 0.05 unidades de pH.
- Agitador magnético
- Pipetas volumétricas
- Matraces volumétricos 1000-200-100 mL
- Buretas de distintos tamaños 50-25-10 mL

4.2 Reactivos y/o soluciones

4.2.1 Agua libre de dióxido de carbono.

Agua destilada o desionizada libre de CO₂. El pH debe ser mayor o igual a 6 y la conductividad menor o igual a 2 µs/cm.

4.2.2 Carbonato de Sodio alta pureza:

Trazable a NIST.


4.2.3 Ácido Sulfúrico 96,1%:

Trazable a NIST.

4.2.4 Solución de Carbonato de Sodio 2500 mg CaCO₃/L (0.05N):

Secar de 0,3 a 0,5 g del estándar primario de Carbonato de sodio a 250°C por 4 horas y enfriar en un desecador. Pesar 0,25 +/- 0,02 g, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, disolver muy bien el reactivo con agua destilada y luego aforar. No mantener por más de 1 semana.

4.2.5 Estándar de ácido Sulfúrico o ácido clorhídrico (0.1 N):

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

Se utiliza una solución de ácido sulfúrico o ácido clorhídrico estándar concentración 0,1 N. En caso de que no se cuente con este ácido, se debe preparar una solución de aproximadamente 0,1 N y determinar la normalidad exacta como prosigue: Estandarizar contra una solución de 40 mL de Na₂CO₃ 0.05 N (preparada según el numeral 4.2.4) con cerca de 60 mL de agua, en un beaker por titulación potenciométrica hasta un pH cercano a 5. Retire los electrodos, enjuague en el mismo beaker, y hierva suavemente de 3 a 5 minutos manteniendo tapada la solución con un vidrio reloj. Enfriar a temperatura ambiente, jugar el vidrio reloj sobre el beaker, y acabar de titular hasta el pH del punto de inflexión. Calcular la normalidad de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$Normalidad = \frac{Ax B}{5,30 x C}$$

Donde:

A= g Na₂CO₃ pesados en un matraz de 100 mL

B= mL de solución de Na₂CO₃ tomados para titular

C= mL de ácido usados

4.2.6 Estándar de ácido Sulfúrico o ácido clorhídrico (0.02 N):

Diluir 200 mL de ácido estándar 0.1N en un matraz volumétrico de 1000 mL con agua destilada o agua desionizada. Estandarizar por titulación potenciométrica 15 mL de Na₂CO₃ 0.05 N, de acuerdo con el procedimiento descrito en el numeral 4.2.5. 1 mL = 1.00 mg CaCO₃.

4.2.7 Solución de carbonato de sodio 2500 mg CaCO₃/L (0,05N):

Secar de 0,3 a 0,5 g de sal de Carbonato de sodio a 250°C por 4 horas y enfriar en un desecador. Pesar 0,25 +/- 0,02 g, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, disolver muy bien el reactivo con agua destilada y luego aforar. No mantener por más de 1 semana.

4.2.8 Estándar de control 200 mg CaCO₃/L:

Tomar con una pipeta 8 mL de la solución de carbonato de sodio preparada en el numeral 4.2.7 y aforar a 100 mL con agua destilada en un balón volumétrico.

4.2.9 Indicador verde de bromocresol:


Obtenido de un proveedor.

4.2.10 Solución indicadora de verde de bromocresol indicador de pH 4,5:

Disolver 100 mg de verde de bromocresol, sal de sodio en 100 mL de agua destilada.

4.2.11 Indicador rojo de metilo:

Obtenido de un proveedor

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

4.2.12 Indicador mixto de verde de bromocresol y rojo de metilo:

Se puede preparar en solución acuosa o alcohólica

4.2.12.1 Acuosa:

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

4.2.12.2 Alcohólica:

Disolver 100 mg de verde de bromocresol y 20 mg de rojo de metilo en 100 mL de alcohol etílico al 95% o alcohol isopropílico de igual concentración.

4.3 Instrucciones de ensayo

4.3.1 Preparación de la muestra

Registrar la identificación de la muestra y el volumen de la muestra (mL) en el formato FOR-TC-014 "Formato para el registro de datos primarios de alcalinidad en aguas". Terminar de diligenciar dicho formato de acuerdo con las instrucciones de llenado presentes en el mismo. Todo esto asegurando la trazabilidad del procedimiento de acuerdo con las políticas del laboratorio.

4.3.2 Selección del tamaño de la muestra.

Para muestras que tengan alcalinidad menor a 1000 mg de carbonato de calcio (CaCO_3) /L, seleccionar un volumen de muestra menor a 50 mg (CaCO_3) /L.


Para muestras con contenidos menores a 20 mg (CaCO_3) /L, titular de 100 a 200 mL.

4.3.3 Procedimientos de determinación

Se describen 3 procedimientos para medir la alcalinidad. Para una alcalinidad menor a 20 mg se realiza el procedimiento de determinación por titulación potenciométrica de baja alcalinidad.

4.3.3.1 Procedimiento de determinación por cambio de color.

- Con una pipeta volumétrica de volumen adecuado, depositar la muestra en un Erlenmeyer, garantizando que la punta esté cerca al fondo del Erlenmeyer para depositar la muestra.
- Agregar 0,2 mL (5 gotas) de solución de indicador (mixto verde de bromocresol – rojo de metilo)
- Titular con la solución de ácido sulfúrico 0.1 N sobre fondo blanco hasta apreciar el cambio de color.

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

- Observar el color que debe tener la solución en el punto de viraje al agregar la misma concentración de indicador usado en la muestra a una solución buffer al pH designado (pH 4.5) [4].

4.3.3.2 Procedimiento de determinación por titulación potenciométrica a un pH preseleccionado.

- Preparar muestra y ensamblado de titulación de la siguiente manera:
- Lavar electrodos y beaker de titulación con agua destilada.
- Tomar en una probeta 100 mL de la muestra y transferirlos a un beaker de 250 mL.
- Titular con el ácido sulfúrico 0,02N hasta el pH definido (4.5) sin anotar pH intermedios y sin retraso.
- A medida que el pH final es alcanzado adicionar menor cantidad de ácido y verificar que el equilibrio de pH se alcanza antes de adicionar más titulante.

NOTA 1: Para muestras que consuman volúmenes menores a 2,0 mL de H₂SO₄ 0,02N, continuar con el procedimiento descrito en el numeral 4.3.3.3 para alcalinidad baja, desde el paso de registrar volumen y pH.

4.3.3.3 Procedimiento de determinación por titulación potenciométrica de alcalinidad baja.

- Para alcalinidades menores a 20 mg/L.
- Titular una muestra entre 100 y 200 mL que contenga menos de 50 mg de CaCO₃.
- Titular con una solución de ácido estándar (ácido sulfúrico o ácido clorhídrico) 0,02 N.
- Detener la titulación en el rango de pH (4,3 - 4,7 preferiblemente 4,7)
- Registrar volumen y pH exacto, este será el volumen 1 y el pH 1.
- Adicionar cuidadosamente titulante para reducir el pH exactamente 0,30 unidades (este será el pH 2 a registrar) y anotar el volumen otra vez, este será el volumen 2 a registrar.


4.4 INFORME.

Los resultados se analizan de la siguiente manera:

4.4.1 Registro de datos:

Los datos serán registrados en el formato FOR-TC-014, Formato para el registro de datos primarios de alcalinidad en aguas.

Estos resultados son registrados en el cuadro de mando SOFT-TC-050 Formato cuadro de mando para la determinación de alcalinidad den agua, ubicado en la red interna del laboratorio.

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

4.2.2 Reporte LIMS Analítica:

Reporte el pH del punto final utilizado de la siguiente manera: [____]mg/L CaCO₃ (a pH____) e indique en las observaciones este pH corresponde a un punto de inflexión de la curva de titulación.

4.3 Cálculos

Los resultados se calculan de la siguiente manera:

4.3.2 Alcalinidad total para el procedimiento por cambio de color y por titulación potenciométrica a un pH preseleccionado.

El resultado de alcalinidad total (en mg CaCO₃/L) se determina de la siguiente manera:

$$\text{Alcalinidad: } \frac{AxNx50000}{mL \text{ de muestra}}$$

Dónde:

A= mL del ácido estándar usados

N= normalidad del ácido estándar

Se debe reportar el pH final usado de la siguiente manera: "La alcalinidad a pH XX es de XX mg CaCO₃/L" además indicar claramente si este pH corresponde a un punto de inflexión de la curva de titulación.

4.3.3 Alcalinidad total para el procedimiento de alcalinidad baja.

El resultado de alcalinidad total (en mg CaCO₃/L) se determina de la siguiente manera:

$$\text{Alcalinidad: } \frac{(2B - C)xNx50000}{mL \text{ de muestra}}$$

Dónde:

B= mL del ácido usados hasta el primer pH anotado.


N= mL totales del ácido empleados en alcanzar 0,3 unidades de pH menos

N= normalidad del ácido,

4.4 Aseguramiento de calidad

Para asegurar y controlar la validez de los resultados, deben realizarse las siguientes actividades de control de calidad:

Ajuste del pH-metro: Debe realizarse cada vez que se realicen determinaciones instrumentales. El ajuste debe cumplir con los criterios de aceptación establecidos para el pH-metro.

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

Verificación inicial del ajuste: Inmediatamente después de realizar la verificación del pH metro, realizar la determinación instrumental sobre el estándar de verificación de 4, 7 y 10 unidades de pH. El valor obtenido de la lectura de este estándar no debe diferir de su valor teórico en más de 0,05 unidades de pH.


Estandarización del titulante: Ajustar el título de la solución titulante mediante estandarización con Na_2CO_3 0,05N preparado de acuerdo con lo establecido en el numeral 4.2.4 antes de iniciar el análisis del lote de ensayo

Análisis del estándar de control: Consiste en realizar el ensayo sobre un blanco de laboratorio fortificado cada 20 muestras y al finalizar las determinaciones instrumentales del lote de análisis. El resultado obtenido se registra en la carta control correspondiente. No deben evidenciarse tendencias en dicha carta control

Análisis de muestras por duplicado: Consiste en realizar el ensayo sobre un duplicado de muestra de manera independiente cada 20 muestras. Los resultados se registran en la correspondiente carta control y no deben evidenciarse tendencias en esta.

Participación en ensayos de aptitud. Anualmente debe participarse en un programa de ensayos de aptitud provisto por un ente acreditado en la norma ISO 17043. Debe obtenerse una calificación satisfactoria

NOTA: En el caso en el cual no se cumpla uno o varios de los criterios de calidad mencionados anteriormente, debe suspenderse el análisis, corregir las fallas y repetir el ensayo del lote de muestras.

	Procedimiento para la determinación de alcalinidad total en aguas AOXLAB S.A. S	Identificación: PROC-TC-042
		Revisión: 4
		Inicio de vigencia: 2024-10-23

6 RESPONSABILIDADES.

6.1 Director de Calidad.

Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.

6.1 Director Técnico

Asegurar el correcto desempeño del método analítico.
Revisar y aprobar los resultados emitidos.

6.1 Líder de Laboratorio

Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.

6.2 Analistas

Aplicar el presente documento

7 FORMATOS RELACIONADOS.

SOFT-TC-050 "Formato cuadro de mando para la determinación de alcalinidad den agua"
 FOR-TC-014 "Formato para el registro de datos primarios de alcalinidad en aguas"
 pH/mV/Temperature Meter/ Model 3510 Operating Manual

8 ANEXOS.

No Aplica.