 Centro de Gestión Industrial	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN <b>PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD</b>	Versión: 01 Fecha: Julio de 2014
--	--	-------------------------------------

CÓDIGO ENSAYO	<b>QAI-ACE1-009</b>
PROGRAMA	
NORMA DE COMPETENCIA	
RESULTADO DE APRENDIZAJE	

### **1. Discusión general**


La solubilidad del oxígeno en agua está relacionada con muchos factores; además los la temperatura y presión según la ley de Henry, hay que destacar la concentración salina del agua. Además, el origen del agua o su procedencia condiciona el nivel del oxígeno disuelto.

Las aguas profundas o subterráneas suelen contener solo algunos miligramos de oxígeno por litro. En contraposición, las aguas superficiales pueden contener cantidades importantes, cercanas a la saturación. En los estudios de este parámetro, las variaciones de la concentración en oxígeno son tan importantes como el valor absoluto.

Las causas de cualquier variación; ello puede estar en función de la presencia de vegetales, de materia orgánica oxidable, de organismos y de gérmenes aerobios, así como de las perturbaciones en la interfase producidas por los cambios atmosféricos (existencia de grasas, de hidrocarburos, de detergentes, etc.).

En zonas donde existe débil tasa de renovación (lagos, bahías, etc.), la concentración de oxígeno disuelto tiende a disminuir con la profundidad y, por consiguiente, los fenómenos anaerobios pueden desarrollarse en los fondos. La solubilidad del oxígeno disminuye al elevarse la temperatura. A ello se suma el crecimiento en consumo de oxígeno por parte de los peces y las bacterias que se multiplican. Estas causas pueden conducir a gustos y olores desagradables en las aguas.

Las normas europeas indican como concentración límite mínima la cifra de 5 mg/l. El agua saturada de aire, a 20- C y bajo presión normal contiene 9,- mg/l de oxígeno.

 Centro de Gestión Industrial	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN <b>PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD</b>	Versión: 01 Fecha: Julio de 2014
---	--	-------------------------------------

Evaluar el nivel de oxígeno disuelto en las aguas de las redes de distribución es muy necesario. Así, las aguas duras con contenido de calcio y magnesio suficientemente oxigenadas (no inferior a 5 mg/l de oxígeno disuelto), tienen la propiedad de provocar, en frío, la formación de una capa protectora natural, llamada capa de Tillmans, a base de precipitado mixto de  $\text{CaCO}_3$  y de óxidos de hierro. La existencia de esta capa protectora natural garantiza la protección de un gran número de redes de distribución de aguas de pozo preaireadas o aguas de río. Pero, desde el punto de vista industrial, las aguas de calderas (alta presión y temperatura) no deben contener más de 0,3 mg/l de oxígeno disuelto.

## 2. INTERFERENCIAS Y LIMITACIONES

Se presentan numerosas interferencias en la determinación del OD, las cuales incluyen los agentes oxidantes y reductores, los iones nitratos, ferrosos, y la materia orgánica. Los métodos más utilizados para eliminar las interferencias son: la modificación de la azida para los nitritos; la modificación del permanganato para el hierro ferroso, la modificación de la floculación con alumbre para los sólidos suspendidos, y la modificación de la floculación con sulfato cobre-ácido sulfámico aplicada para muestras de lodo activados.


Algunos agentes oxidantes liberan yodo a partir del yoduro (interferencia positiva) y algunos agentes reductores transforman el yodo en yoduro (interferencia negativa), la materia orgánica, en su mayoría, se oxida parcialmente cuando se acidifica el precipitado de manganeso oxidado, lo que genera errores negativos.

En los rangos de 100 a 200 mg/L de hierro férrico el método se aplica si se adiciona 1 mL de solución de KF antes de acidificar la muestra y si esta adición no interfiere en la titulación. Se descarta la interferencia de Fe(III) por acidificación con ácido fosfórico al 85 % o 87% sin necesidad de usar ácido sulfúrico. La literatura señala que el método no ha sido probado para concentraciones de Fe(III) mayores de 200 mg/L

## 3. TOMA DE MUESTRA, ALMACENAMIENTO Y PRESERVACIÓ.

Realice el muestreo de acuerdo a los establecido en la NTC 5667-3, las muestras preferiblemente deben ser analizadas inmediatamente se toman.

Si el muestreo es integral, inmediatamente se ha integrado la muestra, sumerja la botella Winkler de 300 mL de capacidad y llene la botella hasta rebosar aproximadamente 10 segundos, sin admitir la entrada de aire atmosférico, evite agitar y tape inmediatamente la botella para prever la formación de burbujas y analice inmediatamente.

	<p>Servicio Nacional de Aprendizaje SENA</p> <p>SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN</p> <p><b>PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD</b></p>	<p>Versión: 01</p> <p>Fecha: Julio de 2014</p>
---	---	--

Si se ejecuta el muestreo puntual o sencillo, se emplea un muestreador tipo Kemmerer. Permita salir la muestra del fondo del muestreador, por medio de un tubo que llegue hasta el fondo de la botella para Winkler de 300 mL de capacidad. Se llena la botella y se deja rebosar aproximadamente 10 segundos; evitar la turbulencia y la entrada de aire atmosférico durante el llenado, evite agitar y tape al instante para evitar la formación de burbujas, analizar inmediatamente.

#### 4. MATERIALES Y EQUIPOS

##### Materiales


- Winkler de 200 mL.
- trípode.
- pinza de bureta.
- bureta de 50 mL.
- pipeta de 10 mL.
- probeta de 100 mL.
- erlenmeyer de 100 mL.
- balón aforado de 50 mL.
- balón aforado de 100 mL.
- 2 vasos de precipitado de 400 mL.
- 2 vasos de precipitado de 200 mL.
- agitador de vidrio.
- frasco lavador

##### Equipos e instrumentos

- Balanza analítica con precisión de 0,0001 g
- Balanza de platillo externo
- 

#### 5. REACTIVOS Y SOLUCIONES

- Sulfato de manganeso (II).
- Yoduro de potasio.
- Hidróxido de sodio.
- Almidón.
- Ácido sulfúrico.
- Nitrato de sodio.
- Yodato de Potasio
-

 Centro de Gestión Industrial	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN <b>PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD</b>	Versión: 01 Fecha: Julio de 2014
---	--	-------------------------------------

- **Agua destilada y desionizada.**
- **Grupo 1. Sulfato de manganeso (II).** Tome 18 g de  $MnSO_4$  en un vaso de precipitado. Añada 10 mL de agua destilada y disolver. Aforar en un balón de 50 mL con agua destilada.
- **Grupo 2. Álcali-yoduro-azida.** Tome 15 mL de agua destilada en un vaso de precipitado, añada 25 g de NaOH, 6,75 g KI, afore en un balón de 50 mL con agua destilada. Pese 0,5 g de  $NaN_3$  disuelva en 5 mL de agua destilada en un vaso de precipitado y adicione a la solución.

PRECAUCIÓN: El NaOH concentrado es muy corrosivo para la piel. Usar guantes y lavar inmediatamente con abundante agua las zonas afectadas en caso de contacto.


- **Grupo 3. Tiosulfato de sodio 0,025 M.** Disuelva en un vaso de precipitado 6,205 g de  $Na_2S_2O_3$  con 200 mL de agua destilada, añada 0,4 g de NaOH. Transfiera la solución a un balón de 1000 mL, y afore con agua destilada.
- **Grupo 4 Indicador de almidón.** Realice el montaje para el uso del mechero, en un vaso de precipitado caliente 100 ml de agua. Pese 0,5 g de almidón transfiera al vaso de precipitado y agite hasta que la solución se clarifique, deje enfriar.

Para Recordar: Hacer el diagrama de flujo para la preparación de cada solución y consultar las fichas de seguridad para cada reactivo. Las fichas de seguridad deben estar constituidas con: Nombre químico, fórmula química, propiedades químicas y físicas, pictograma, qué hacer en caso de..., riesgos

## 6. PROCEDIMIENTO

Para el procedimiento debe realizar diagrama de flujo

**La muestra de agua debe estar libre de sólidos.**

 Centro de Gestión Industrial	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN <b>PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD</b>	Versión: 01 Fecha: Julio de 2014
---	--	-------------------------------------

1. Llene el frasco Winkler con la muestra de agua, teniendo cuidado de evitar la exposición al aire. Si es posible perfore la tapa de la botella donde se recolectó la muestra y ponga una manguera o busque un tapón que permita adicionar una manguera, ésta se introduce hasta que llegue al fondo del frasco. Cuando el agua se desborde, sacar la manguera con cuidado y cerrar la botella, sin introducir burbujas de aire, con el tapón adecuado.

2. Abra y adicione rápidamente, por debajo de la superficie (con un gotero), 1 mL de solución de  $MnSO_4$ . De la misma manera, introducir 1 mL de la disolución de la solución de álcali-yoduro-azida (USAR GUANTES).

3. Tape el frasco con cuidado de no atrapar aire y límpielo externamente con una toalla de papel, todo ello usando guantes. A continuación, invierta con cuidado el frasco presionando el tapón para que no se salga. De este modo, se distribuye uniformemente el precipitado formado.

4. Una vez que el precipitado se ha sedimentado por lo menos 3 cm por debajo del tapón, añada 1 mL de  $H_2SO_4$  concentrado, también con un gotero y por debajo de la superficie. Tape y mezcle hasta que el precipitado se disuelva.

5. Realice el montaje para titulación y cargue la bureta con la solución de Tiosulfato de sodio ( $Na_2S_2O_3$  0,025 M).

6. Tome con una probeta 50 mL exactamente de la solución del frasco Winkler e introdúzcalos en un Erlenmeyer de 100 mL. Titule con  $Na_2S_2O_3$  0,025 M, hasta que el color del yodo palidezca. En este momento añada 5 mL de indicador de almidón, la solución se tornará azul, siga titulando hasta que cambie de azul a incoloro. Ejecute el procedimiento descrito y elabore la curva de calibración.


Recuerde que para disminuir el error en el proceso debe cerrar la válvula de la bureta inmediatamente cambie el color de la solución

7. Anotar en este punto el volumen de tiosulfato gastado, para valorar los 50 mL de muestra.

8. Realizar la valoración dos veces.

## 7. CÁLCULOS

1 ml  $Na_2S_2O_3$  0,025 M = 1 mg OD/L

 Centro de Gestión Industrial	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN <b>PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD</b>	Versión: 01 Fecha: Julio de 2014
---	--	-------------------------------------

## 8. BIBLIOGRAFIA

**Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.** Titration Method 2320 B. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 21st ed., New York, 2005

**Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales.** Programa de fisicoquímica Ambiental. PSO Determinación de Alcalinidad por Potenciómetro. Versión 01. Bogotá, 2005.

**IDEAM**

### CONTROL DE DOCUMENTO

	Nombre	Cargo	Dependencia	Fecha
Elaboración				
Revisión				
Aprobación				

### CONTROL DE CAMBIOS

Versión No.	Fecha de aprobación	Descripción del cambio	Solicitó