
NORMA CUBANA

NC

ISO 9963-1: 2010
(Publicada por la ISO en 1994)

**CALIDAD DEL AGUA — DETERMINACIÓN DE LA
ALCALINIDAD — PARTE 1: DETERMINACIÓN DE LA
ALCALINIDAD TOTAL Y COMPUESTA
(ISO 9963-1:1994, IDT)**

**Water quality — Determination of alkalinity — Part 1: Determination of total and
composite alkalinity**

ICS: 13.060.50

1. Edición Diciembre 2010
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La
Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico:
nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC-ISO 9963-1: 2010

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 28 de Bebidas No Alcohólicas, integrado por representantes de las siguientes entidades:
 - Ministerio de la Industria Alimentaria
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad
 - Unión de Bebidas y Refrescos
 - Empresa de Bebidas y Refrescos Ciudad de La Habana
 - Empresa de Bebidas y Refrescos La Habana
 - Laboratorio de Calidad MINCIN
 - Aguas y Refrescos Los Portales S.A.
 - Cubacontrol S.A
 - Centro Nacional de Medicina Natural y Tradicional. Vice Dirección de Termalismo
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos
 - Empresa de Servicios de Aseguramiento de la Calidad
 - Bebidas del Caribe S.A.
 - Oficina Nacional de Recursos Minerales
 - Oficina Nacional de Normalización

- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma Internacional ISO 9963-1:1994 "*Water quality. Determination of alkalinity. Part 1: Determination of total and composite alkalinity*".

© NC, 2010

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

CALIDAD DEL AGUA — DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD — PARTE 1: DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD TOTAL Y COMPUESTA

1 Objeto

Esta Parte de la Norma ISO 9963 especifica un método para la determinación por valoración de la alcalinidad.

Está destinado para el análisis de aguas naturales, tratadas y aguas residuales, y puede usarse directamente para aguas que tengan una alcalinidad de concentración de hasta 20 mmol/L. Para el análisis de muestras que contengan una alcalinidad de concentración mayor puede usarse una porción menor de ensayo. Se recomienda un límite inferior de 0,4 mmol/L. La materia en suspensión en forma de carbonato puede interferir con el análisis.

Esta interferencia puede reducirse por filtrado previo a la valoración.

La detección del punto final, usando un medidor de pH, está menos sujeta a interferencias que cuando se usa un indicador.

2 Referencias normativas

Los documentos que se mencionan seguidamente son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, sólo se toma en consideración la edición citada. Para las no fechadas, se toma en cuenta la última edición del documento de referencia (incluyendo todas las enmiendas).

NC-ISO 3696:2004 Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificaciones y métodos de ensayo.

ISO 385:2005-Cristalería de Laboratorio - Buretas

ISO 5667- 1:2006 Calidad del agua. Guía para el diseño de programas de muestreo y técnicas de muestreo.

ISO 6107-2: 2006 *Calidad del agua. Vocabulario. Parte 2.*

CEI 746-2:1982 Expresión del funcionamiento de los analizadores electroquímicos. Partes 2. Valor del pH.

Las referencias normativas citadas en este documento normativo corresponden a las ediciones más recientes y las que se encuentran vigentes actualmente.

3 Definiciones

Para los fines de esta Parte de la Norma ISO 9963, se aplican las siguientes definiciones.

3.1 alcalinidad (A)

Capacidad cuantitativa de los medios acuosos para reaccionar con los iones de hidrógeno (ISO 6107-2).

3.2 alcalinidad en el punto final del rojo de metilo (naranja de metilo)

Se obtiene una medida convencional de la alcalinidad total (A_t) del agua por medio de la valoración hasta el punto final del rojo de metilo (naranja de metilo) (pH 4,5). Se determinan también el bicarbonato equivalente, el carbonato y la concentración de hidróxido del agua.

3.3 alcalinidad en el punto final de la fenolftaleína; alcalinidad compuesta (Ac)

La medida por valoración hasta el punto final de la fenolftaleína (pH 8,3) de aquella porción de alcalinidad correspondiente a la totalidad de los hidróxidos y a la mitad del contenido en carbonato de un agua (ISO 6107-2).

NOTA 1 La alcalinidad del agua es principalmente función de las concentraciones en bicarbonato, carbonato e hidróxido. Otras sustancias tampón (X) tales como el amoníaco, el borato, el fosfato, el silicato y los aniones orgánicos pueden incluirse en la determinación.

$$A_t = c(\text{CO}_3) - c(\text{CO}_{2\text{aq}}) + c(\text{OH}) - c(\text{H}) + c(\text{X})$$

$$A_c = 2c(\text{CO}_3) + c(\text{HCO}_3) + c(\text{OH}) - c(\text{H}) + c(\text{X})$$

Por definición, la alcalinidad compuesta es cero para las aguas que tengan un pH igual o inferior a 8,3.

4 Principio del método

La muestra se valora con una solución de ácido normalizada hasta pH 8,3 y 4,5. Estos puntos finales, que se determinan visualmente con el uso de un indicador, o potenciométricamente, son los puntos de equivalencia seleccionados para las determinaciones de los tres componentes principales de la Alcalinidad Total: bicarbonato, carbonato e hidróxido. El punto final a pH 8,3 está próximo al punto de equivalencia para las concentraciones de carbonato y dióxido de carbono y representa la valoración de, aproximadamente, todo el hidróxido y de la mitad de los carbonatos presentes. El punto final pH 4,5 está próximo al punto de equivalencia para el ion hidrógeno y el bicarbonato, y permite la determinación de la alcalinidad total de la muestra.

NOTA 2 Los valores del punto de equivalencia dependen de la fuerza iónica, así como de la concentración de carbono total inorgánico y pueden no ser siempre los óptimos para los puntos finales elegidos.

En la práctica el uso de sistemas de indicadores diferentes produce resultados ligeramente diferentes en las valoraciones de alcalinidad debido a la determinación visual del punto final y la definición de los colores, lo cual no repercute en la exactitud del método. Por lo tanto, en la presente norma se establece el de los siguientes indicadores: el naranja de metilo, el rojo de metilo y el mixto.

5 Reactivos

Utilizar únicamente reactivos de grado analítico reconocido.

Pueden utilizarse soluciones listas para su uso, disponibles en el mercado.

5.1 Agua destilada, conforme al grado 2 de acuerdo con la Norma ISO 3696, libre de concentraciones interferentes de ácido o de álcali y con una conductividad menor a 0,1mS/m ($\mu\text{S}/\text{cm}$).

5.2 Carbonato de sodio, solución patrón, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3)$ 0,025 mol/L.

Secar de 3 a 5 g de carbonato de sodio (Na_2CO_3) a 250 ± 10 °C durante 4 h. Dejar enfriar en un desecador.

Disolver $2,650 \pm 0,001$ g en agua destilada y diluir en matraz aforado hasta 1 000 mL.

La solución es estable durante al menos un mes si se almacena en un refrigerador entre 4 y 8 °C.

5.3 Soluciones de Acido Clorhídrico a utilizar

Si la alcalinidad oscila en el intervalo de 4 a 20 mol/L, utilizar ácido clorhídrico 0,10 mol/L (5.3.1). Si la alcalinidad oscila en el intervalo de 0,4 a 4 mol/L, emplear ácido clorhídrico 0,02 mol/L (5.3.2).

5.3.1 Acido clorhídrico, $c(\text{HCl})$ 0, 10 mol/L

Diluir $8,6 \pm 0,1$ mL de ácido clorhídrico (1,16 g/mL) con agua destilada hasta 1 000 mL. Estandarizar esta solución según 5.3.3.

5.3.2 Acido clorhídrico, $c(\text{HCl})$ 0, 02 mol/L

Introducir con una pipeta 100 mL ± 1 mL de una solución de ácido clorhídrico 0.10 mol/L (5.3.1) en matraz aforado de 500 mL.

Enrasar con agua y mezclar bien. Preparar esta solución justo antes de su utilización.

Calcular la concentración en cantidad de sustancia como sigue:

$$c(\text{HCl}, 2) = 0,2 \times c(\text{HCl}, 1)$$

Donde:

$c(\text{HCl}, 1)$ es la concentración real expresada en moles por litro de la solución nominal 0,10 mol/L de ácido clorhídrico (5.3.1);

$c(\text{HCl}, 2)$ es la concentración real expresada en moles por litro de la solución nominal 0,02 mol/L de ácido clorhídrico (5.3.2).

5.3.3 Estandarización de la Solución de Ácido Clorhídrico

5.3.3.1 Determinación potenciométrica.

Introducir con una pipeta $25,0 \pm 0,1$ mL (V_1) de la solución de carbonato de sodio (5.2) en un recipiente de valoración y añadir 75 ± 5 mL de agua destilada (5.1). Colocar el recipiente en un agitador magnético y sumergir en la solución una barra agitadora magnética recubierta de material plástico y tener los electrodos previamente conectados a un medidor de pH calibrado. Poner en marcha el agitador y agitar a una velocidad en la que apenas se aprecie el comienzo de turbulencias. Valorar con una solución de ácido clorhídrico de $0,10$ mol/L (5.3.1) hasta que el medidor de pH indique $\text{pH } 4,50 \pm 0,05$. Anotar el volumen V_2 , en mililitros de ácido consumido.

5.3.3.2 Detención visual del punto final.

Introducir con una pipeta $25,0 \pm 0,1$ mL (V_1) de la solución de carbonato de sodio de concentración $0,025$ mol/L (5.2) en un frasco Erlenmeyer de 250 mL. Añadir 75 ± 5 mL de agua destilada y $0,1 \pm 0,02$ mL de la solución indicadora. Valorar con la solución de ácido clorhídrico de $0,10$ mol/L (5.3.1) hasta el cambio del color. Anotar el volumen V_2 en mililitros de ácido consumido.

5.3.3.3 Determinación en blanco

Usando 100 ± 5 mL de agua destilada, efectuar una determinación en blanco de acuerdo con el procedimiento seleccionado (5.3.3 ó 5.3.4) y anotar el volumen V_3 en mililitros de ácido consumido.

5.3.3.4 Cálculo de la concentración (cantidad de sustancia) del ácido clorhídrico

$$c(\text{HCl},1) = \frac{mV_1}{53.00(V_2 - V_3)}$$

Donde:

c(HCl,1) es la concentración real, expresada en moles por litro, de la solución nominal $0,10$ mol/L de ácido clorhídrico (5.3.1);

m es la masa, en gramos, del carbonato de sodio tomado para la preparación de la solución patrón (5.2);

V1 es el volumen, en mililitros, de la solución patrón de carbonato de sodio (5.2) tomado para la valoración (normalmente 25 mL);

V2 es el volumen, en mililitros, de la solución de ácido clorhídrico (5.3.1) consumido a lo largo de la valoración de la solución patrón de carbonato de sodio (5.2);

V3 es el volumen, en mililitros, de la solución de ácido clorhídrico (5.3.1) consumido a lo largo de la valoración en blanco.

53.00 representa el peso equivalente del Carbonato de Sodio

Normalizar esta solución al menos una vez por semana.

5.4 Soluciones indicadoras

5.4.1 Solución del indicador de la fenolftaleína

Disolver $1,0 \pm 0,1$ g de fenolftaleína en $100 \text{ mL} \pm 2 \text{ mL}$ de etanol [$> 90\%$ (V/V) etanol] y diluir con agua destilada a $200 \pm 4 \text{ mL}$. Mezclar bien. El cambio de color esperado, con el uso de éste indicador, es de rosado a incoloro.

5.4.2 Solución indicadora mixta de verde de bromocresol-rojo de metilo

Disolver $0,200 \pm 0,005$ g de verde de bromocresol y $0,015 \pm 0,002$ g de rojo de metilo en $100 \pm 4 \text{ mL}$ de etanol [$> 90\%$ (V/V) etanol]. Almacenar en una botella de vidrio ámbar. El cambio de color esperado, con el uso de éste indicador, es de verde-azul a gris.

5.4.3 Solución indicadora de anaranjado o rojo de metilo

La solución indicadora de anaranjado de metilo puede prepararse con concentraciones entre 0.5 y 1 %. Disolver $0,500$ (ó $1,000 \text{ g}$) $\pm 0,005$ g de anaranjado de metilo en $100 \pm 4 \text{ mL}$ de etanol [$> 90\%$ (V/V) etanol]. Almacenar en una botella de vidrio ámbar. El cambio de color esperado, con el uso de éste indicador, es de amarillo a naranja claro (color cebolla). Este indicador puede ser también preparado, en las mismas proporciones, en agua destilada, no obstante se observa mejor el cambio de color cuando se prepara en etanol.

La solución indicadora de rojo de metilo puede prepararse disolviendo $0,1 \text{ g} \pm 0,005$ g de rojo de metilo en $100 \text{ mL} \pm 4 \text{ mL}$ de etanol [$> 90\%$ (V/V) etanol]. El cambio de color esperado, con el uso de éste indicador, es de amarillo a rojo

5.4.4 Solución de tiosulfato de sodio, c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0, 1 mol/L.

Disolver $2, 5 \pm 0, 2$ g de tiosulfato de sodio pentahidratado ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en $100 \pm 5 \text{ mL}$ de agua.

Almacenar en una botella de vidrio ámbar en el refrigerador durante un máximo de 6 meses.

6 Instrumental

Debería utilizarse el equipo normal de laboratorio y, en particular, los siguientes aparatos.

6.1 Agitador magnético: y barra agitadora recubierta de material plástico.

6.2 Medidor de pH (pH-metro)

Con un sistema de electrodo compatible adecuado para medir el pH con una precisión de $\pm 0,05$ unidades de pH en el intervalo comprendido entre pH 4 y 10, y un vaso de valoración apropiada diseñada de modo que el contacto con el aire sea mínimo. El equipo debe instalarse, calibrarse (preferiblemente usando soluciones tampón de pH 4, 7 y 9) y utilizarse de acuerdo con la Norma CEI 746-2.

6.3 Bureta de precisión: de acuerdo con las especificaciones de la Norma ISO 385.

7 Muestreo y tratamiento de muestras

Recoger las muestras en botellas limpias de polietileno o vidrio borosilicatado de un volumen de por lo menos 100 mL. Llenar la botella completamente con la muestra y poner el tapón de manera que no quede aire dentro de la botella. Lo ideal es analizar las muestras inmediatamente después de su recogida. Si esto no es posible, las muestras deben conservarse refrigeradas para evitar que se produzca una nitrificación u otras transformaciones.

Muchos tipos de muestras son afectadas ligeramente durante el almacenamiento. Examinar los efectos del almacenamiento sobre el tipo de muestras analizado. (Véase la Norma ISO 5667-1)

8 Procedimiento operatorio

Es conveniente que las muestras fuertemente coloreadas o turbias se analicen por el método potenciométrico.

8.1 Valoración potenciométrica

Calibrar el medidor de pH (pH-metro) de acuerdo con 6.2.

NOTA 3 La valoración potenciométrica está exenta de la interferencia causada por los agentes oxidantes, aunque pueden encontrarse dificultades en la detección del punto final en presencia de sustancias orgánicas.

Los jabones, las sustancias oleaginosas, etc., pueden recubrir el electrodo de vidrio y provocar una reacción lenta. En la valoración, deberla esperarse un cierto tiempo entre adiciones, para permitir que el electrodo alcance el equilibrio. Los electrodos deberían limpiarse con frecuencia.

8.1.1 Determinación de la alcalinidad compuesta valorable a pH 8,3 (alcalinidad a la fenolftaleína)

NOTA 4 La absorción del dióxido de carbono presente en la atmósfera durante la valoración de la alcalinidad compuesta puede conducir a resultados más bajos.

Introducir con una pipeta 100 ± 1 mL de muestra (volumen V4) en el vaso de precipitado (beaker). Colocar el vaso sobre un agitador magnético y sumergir una barra de agitación recubierta de plástico y electrodos de pH en la solución. Arrancar el motor y agitar a una velocidad tal que la turbulencia sea apenas perceptible. Medir el pH de la muestra y, si resulta ser 8,3 o menor, registrar la alcalinidad compuesta valorable a pH 8,3 como cero.

Valorar la muestra con el ácido de concentración apropiada y anotar el volumen V_5 , en mililitros, de ácido consumido.

Conservar la solución para su uso en la determinación de la alcalinidad total.

8.1.2 Determinación de la alcalinidad total. (A_t)

Continuar la valoración de la solución reservada de la determinación de la alcalinidad compuesta valorable a pH 8,3 (véase 8.1.1), con la solución apropiada de ácido clorhídrico hasta que el medidor lea pH $4,5 \pm 0,05$ (en la proximidad de pH 4,5, añadir la solución valorada gota a gota, y esperar al menos 30 s para que los electrodos alcancen el equilibrio con la solución). Anotar el volumen total V_6 , en mililitros, del ácido utilizado.

8.2 Valoración utilizando indicador con cambio de color

NOTA 5 Eliminar todo el cloro libre presente, añadiendo 0,1 mL de una solución de tiosulfato de sodio (5.7) por cada 200 mL de muestra. Este método elimina hasta 1,8 mg/L de cloro.

8.2.1 Determinación de la alcalinidad compuesta (A_c) valorable a pH 8,3 (alcalinidad a la fenolftaleína)

NOTA 6 La absorción del dióxido de carbono presente en la atmósfera durante la valoración de la alcalinidad compuesta puede conducir a resultados más bajos.

Introducir con una pipeta 100 ± 1 mL de muestra (volumen V_4) en un erlenmeyer de 250 mL y añadir $0,10 \pm 0,02$ mL de la solución del indicador de fenolftaleína (5.4.1). Si no se obtiene una coloración rosa, considerar la alcalinidad compuesta (A_c) valorable a pH 8,3, como cero. Valorar las muestras coloreadas de rosa con ácido hasta que dicho color rosa desaparezca. Anotar el volumen V_5 , en mililitro, de ácido consumido.

Conservar la solución para su uso en la determinación de la alcalinidad total.

8.2.2 Determinación de la alcalinidad total (A_t)

Añadir $0,1 \text{ mL} \pm 0,02 \text{ mL}$ de solución indicadora (5.4.2 ó 5.4.3) a la solución sobre la cual se ha determinado la alcalinidad valorable a pH 8,3 (véase 8.2.1). Continuar la valoración con la solución apropiada de ácido clorhídrico hasta obtener el cambio de color esperado.

Anotar el volumen total, V_6 , en mililitros, de ácido consumido.

9 Expresión de resultados

9.1 Cálculo

9.1.1 Alcalinidad compuesta valorable a pH 8,3 (alcalinidad a la fenolftaleína)

$$A_c = \frac{c(HCl) \times V_5 \times 1000}{V_4}$$

Donde:

Ac es la capacidad de reaccionar con los iones de hidrógeno, expresada en milimoles por litro, de la alcalinidad compuesta valorable a pH 8,3;

c(HCl) es la concentración real, expresada en moles por litro, de la solución de ácido clorhídrico (5.3.1 ó 5.3.2) utilizada;

V4 es el volumen, en mililitros, de la porción de ensayo (normalmente 100 mL);

V5 es el volumen, en mililitros, de la solución de ácido clorhídrico (5.3.1 ó 5.3.2) consumida hasta alcanzar pH 8,3.

9.1.2 Alcalinidad total

$$A_t = \frac{c(HCl) \times V_6 \times 1000}{V_4}$$

Donde:

At es la capacidad de reaccionar con los iones de hidrógeno, expresada en milimoles por litro, de la alcalinidad total valorable a pH 4,5;

c(HCl) es la concentración real, expresada en moles por litro, de la solución de ácido clorhídrico (5.3.1 ó 5.3.2) utilizada;

V4 es el volumen, en mililitros, de la porción de ensayo (normalmente 100 mL);

V6 es el volumen, en mililitros, de la solución de ácido clorhídrico (5.3.1 ó 5.3.2) consumida hasta alcanzar pH 4,5.

10 Informe del ensayo

El informe del ensayo debe incluir la información siguiente:

- a) una referencia a esta Parte de la Norma ISO 9963;
- b) identificación precisa de la muestra;
- c) los resultados, expresados en milimoles por litro;
- d) cualquier desviación respecto al procedimiento operatorio especificado o cualquier circunstancia que pueda haber afectado a los resultados.

ANEXO A
(Informativo)
**INFORMACION SOBRE LOS FACTORES DE CONVERSION DE LOS VALORES
DE ALCALINIDAD A OTRAS UNIDADES**

Los valores de alcalinidad pueden expresarse en otras unidades. Los factores de conversión de milimoles por litro se indican en la tabla A. 1.

Tabla A. 1

Otras unidades para la expresión de los resultados	Factor de conversión
mmol/L CaCO ₃	0,50
mg/L CaCO ₃	50
mg/L HCO ₃	61
Partes/100 000	5,0
Grado inglés(1 grado Clark)	3,50
Grado alemán	2,80
Grado francés	5,0
Grado USA	2,90