



## MÉTODO ANALÍTICO ACIDEZ: TITULOMÉTRICO, SM 2310

B.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá

Código: D-7.2-36	Versión: 06
Revisó: Subdirector de Planeación y O.T.	Aprobó: Director General (E).
Fecha: 09 de Julio de 2025	Fecha: 09 de Julio de 2025
Resolución: 100-03-10-23-1338-2025	Páginas: 1 de 9

### 1. DESCRIPCIÓN

La acidez como propiedad fisicoquímica del agua, se refiere a la capacidad cuantitativa para reaccionar con una base fuerte y neutralizarla hasta un pH designado. Por tanto, su valor puede variar significativamente con el pH del punto final utilizado en la valoración.

La determinación de la acidez de una porción o muestra representativa de agua de un sistema de interés, constituye la medida de una propiedad sobreañadida del agua, y puede interpretarse en términos de substancias específicas solamente cuando se conoce la composición química de la muestra. Con respecto al método de determinación de acidez que se expone a continuación, los ácidos minerales fuertes, los ácidos débiles, como el carbónico y el acético, y las sales hidrolizables, como los sulfuros de hierro y aluminio, pueden incrementar la acidez determinada.

Los ácidos incrementan también la corrosividad e interfieren los índices de reactividad química, su especificación y los procesos biológicos. La medida también refleja las variaciones de la calidad de la fuente del agua.

La determinación de la acidez es de importancia en Ingeniería Sanitaria debido a las características corrosivas (debidas principalmente a la presencia de CO<sub>2</sub>) de las aguas ácidas y al costo que supone la remoción y el control de las substancias que producen corrosión.

### 2. ALCANCE

De acuerdo a lo experimentado y establecido en la verificación del método, se define que la determinación titulométrica del analito es aplicable para las matrices residual industrial y superficial.

### 3. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO

#### 3.1 Principio

Los iones de hidrógeno presentes en una muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de los solutos, reaccionan a la adición de un álcali estándar. Así pues, la acidez depende del pH o indicador de punto final que se emplee. La elaboración de

una curva de titulación mediante el registro del pH de las muestras, tras la adición sucesiva de pequeñas cantidades medidas de titulante, permite la identificación de los puntos de inflexión y la capacidad tampón, y en este caso, la acidez con respecto a un pH de interés.

En la titulación de una especie ácida simple, como es la de estandarización de reactivos, el punto final más exacto se obtiene a partir del punto de inflexión de una curva de titulación. Este punto de inflexión es el pH al que la curva varía de convexa a cóncava o viceversa.

Debido a que la identificación exacta de los puntos de inflexión puede ser difícil o imposible en mezclas tamponadas o complejas, la titulación en tales casos se conduce a un pH terminal arbitrario basado en consideraciones prácticas. Para las titulaciones de control habituales o estimaciones preliminares rápidas de acidez puede utilizarse como punto final el cambio de color de un indicador. Las muestras de aguas residuales industriales, drenaje de ácidos minerales u otras soluciones que contienen cantidades apreciables de iones metálicos hidrolizables, como hierro, aluminio o manganeso, se tratan con peróxido de hidrógeno para garantizar la oxidación de cualquier forma reducida de cationes polivalentes, y se hierven para acelerar el proceso. Las valoraciones de acidez pueden ser muy variables si no se ejecuta el método con exactitud.

### 3.2 Interferencias

Durante la toma de muestras, la conservación o titulación, pueden perderse o ganarse gases disueltos que contribuyen a la acidez o a la alcalinidad, como CO<sub>2</sub>, sulfuro de hidrógeno o amoniaco. Redúzcanse al mínimo estos efectos mediante titulación al punto final inmediatamente después de abrir el recipiente de muestra, sin agitarlo o mezclarlo energéticamente, protegiendo la muestra de la atmósfera durante la titulación y manteniéndola no más caliente de lo que estaba durante la conservación.

En la titulación potenciométrica, las materias oleosas, los sólidos suspendidos, los precipitados u otros materiales de desecho pueden cubrir el electrodo de vidrio y producir una respuesta lenta. Es probable que aparezcan dificultades de este tipo en una curva de titulación errática. No deben eliminarse las interferencias de la muestra, pues deben contribuir a su acidez. Hágase una breve pausa entre las adiciones de titulación para que el electrodo se equilibre, o límpiese este de vez en cuando.

En las muestras que contienen iones oxidables o hidrolizables, como hierro ferroso o férrico, aluminio y manganeso, los índices de reacción a temperatura ambiente pueden ser suficientemente lentos como para causar una desviación de los puntos finales.

No deben utilizarse titulaciones con indicador de muestras turbias que pueden oscurecer el cambio de color en el punto final. El cloro libre residual de la muestra suele blanquear el indicador. Elimínese esta fuente de interferencia añadiendo una gota de Tiosulfato sódico [0.1 M].

#### 4. TOMA DE MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Recójanse las muestras en botellas de polietileno o vidrio de borosilicato y consérvese a baja temperatura. Llénense las botellas por completo y tápense herméticamente. Dado que las muestras residuales pueden estar sujetas a la acción microbiana y a pérdidas o ganancias de CO<sub>2</sub> u otros gases cuando se exponen al aire, las muestras deben analizarse sin demora, preferiblemente el primer día. Si se sospecha la presencia de alguna actividad biológica, analíicense dentro de las 6 primeras horas. Evítese la agitación y su exposición prolongada al aire.

#### 5. MATERIALES Y EQUIPOS

- Titulador potenciométrico.
- Vidriería volumétrica en general.
- Balanza analítica.
- Electrodo de vidrio combinado.
- Plancha de calentamiento.
- Agitador magnético.

#### 6. REACTIVOS

- **Agua desionizada y/o destilada:** Preparar todas las soluciones de referencia y agua de dilución con agua desionizada mediante ósmosis inversa y/o destilada.
- **Solución indicadora de azul de bromofenol, indicador de pH 3,7:** Disolver 100 mg de azul de bromofenol en 100 mL de agua.

- **Solución indicadora de púrpura de metacresol, indicador de pH 8,3:**  
Disolver 100 mg de metacresol púrpura en 100 mL de agua.
- **Solución indicadora de fenolftaleína, indicador de pH 8,3.**
- **Peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) al 30%.**
- **Carbonato de sodio 0.05 N:** Secar entre 3 y 5 gramos de carbonato de sodio a 250°C por 4 horas y enfriar en un desecador. Pesar entre  $2.5 \pm 0.2$  y transferir a un matraz volumétrico de 1L, llenando hasta la marca con agua destilada y mezclando el reactivo.
- **Tiosulfato de sodio, 0.1 M:** Disuelva 25 g de  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  y diluir hasta 1000 mL con agua desionizada y/o destilada.
- **Solución de ftalato ácido de potasio, aproximadamente 0,05 N:** Triturar de 15 a 20 g de  $KHC_8H_4O_4$  hasta quedar un polvo fino y secar a 120 °C durante 2 h. Enfriar en un desecador. Pesar  $10,0 \pm 0,5$  g y diluir con agua desionizada y/o destilada a un volumen de 1000 mL.
- **Solución Estándar de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N:** Pesar 4 gramos de NaOH, disolver en agua destilada y aforar a 1 litro.
  - a) **Estandarización del hidróxido de sodio 0.1 N:** De la solución ftalato ácido de potasio ( $KHC_8H_4O_4$ ), tomar 40 mL y titular con solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N hasta el punto de inflexión que debe estar próximo a pH 8.7 (Calcular la normalidad con la fórmula del punto 8, cálculos y resultados).
  - b) **Solución Estándar de hidróxido de sodio (NaOH) 0.02 N:** Diluir 200 mL de la solución estándar de NaOH 0.1 N con agua destilada hasta completar un volumen de 1000 mL. De la solución de ftalato ácido de potasio ( $KHC_8H_4O_4$ ), tomar un volumen de 10-15 mL y titular con solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.02 N hasta el punto de inflexión que debe estar próximo a pH 8.7 (Calcular la normalidad con la fórmula del punto 8, cálculos y resultados).

**NOTA 1:** Para muestras con acidez de menos de aproximadamente 1000 mg/L como carbonato de calcio ( $CaCO_3$ ), seleccione un volumen con menos de 50 mg de acidez equivalente a  $CaCO_3$  y titule con hidróxido de sodio 0.02 N (NaOH). Para acideces mayores de aproximadamente 1000 mg/L como  $CaCO_3$ , utilice una porción que contenga una acidez equivalente a menos de 250 mg de  $CaCO_3$  y titule con hidróxido de sodio 0.1 N (NaOH). Si es necesario, realice una

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-36	Versión: 06	Página: 4 de 9

titulación preliminar para determinar el tamaño óptimo de la muestra y/o la normal.

- **Ácido sulfúrico 0.1 N:** Prepare la solución diluyendo 1.4 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado y diluir hasta un volumen de 500 mL con agua destilada en un balón aforado.
  - a) **Solución Estándar de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 0.02 N:** Diluir 200 mL de la solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 N con agua destilada hasta completar 1000 mL. Tomar 5 mL de la solución de carbonato de sodio al 0.05 N y completar hasta 50 mL con agua destilada, luego titular potenciométricamente hasta un pH aproximado de 5. Concluir la titulación hasta el punto de inflexión de pH (registrar el volumen gastado y repetir dos veces más, luego promediar la concentración obtenida y rotular la botella que lo contendrá). Ver cálculo de la normalidad en el punto 8 cálculos y resultados.
- **PATRÓN DE 20 mg de CaCO<sub>3</sub>/L (solución de control y seguimiento):** Medir 2 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 N y aforar con agua destilada a 500 mL ( $[H_2SO_4] = 4 \times 10^{-4}$  N, de este patrón tomar 50 mL y determinar su concentración que debe ser equivalente a 20 mg/L de CaCO<sub>3</sub>.

**NOTA 2:** Los volúmenes de las soluciones y patrones pueden cambiar debido a la concentración estandarizada del ácido sulfúrico.

## 7. PROCEDIMIENTO

- 1) Dejar que la muestra alcance la temperatura ambiente.
- 2) Calibrar el equipo medidor de pH como se indica en el instructivo para determinación de pH en aguas.
- 3) Medir 50 mL de muestra y llevarlos a un beaker o Erlenmeyer de 100 mL, agitar lentamente y medir pH inicial, si éste es mayor de 4, adicionar ácido sulfúrico 0.02 N (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) hasta reducir el pH a 4 o menos.
- 4) Añadir 5 gotas de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30% y digestar hasta ebullición de 2 a 5 minutos, luego enfriar a temperatura ambiente.
- 5) Titular hasta pH 8.3 con la solución estándar de hidróxido de sodio 0.1 N o 0.02 N según corresponda, agitando la muestra permanentemente hasta

encontrar el punto de equivalencia. Registrar el volumen gastado en la captura de datos correspondiente.

**NOTA 3:** Si la muestra está limpia y existe cloro residual libre presente, adicionar 0.05 mL (1 gota) de Tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0.1 M. Si la muestra está libre de iones metálicos hidrolizables y de cationes polivalentes en sus formas reducidas ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ), entonces se debe omitir el paso 4 de la anterior secuencia.

- Previo a cada análisis es necesario revisar el programa de trabajo del equipo con el que se realizará el procedimiento de ensayo indicado en la sección 2310 B del Standard Methods, así:

### ***Titulación Acidez total***

#### ***SET1:***

<i>Punto final EP pH</i>	8.3
<i>Gama regulación</i>	4
<i>Veloc.max</i>	0.5 ml/min
<i>Veloc.min</i>	25.0 ul/min
<i>Crit.parada</i>	tiempo
<i>t(espera)</i>	5 s

#### ***Parámetros de titración:***

<i>Sentido de titración</i>	+
<i>V inicial</i>	no
<i>Pausa</i>	60 s
<i>Entrada de med</i>	1
<i>Temperatura</i>	25.5 °C

#### ***Condiciones de parada:***

<i>V parada:</i>	<i>abs</i>
<i>V parada</i>	50 mL
<i>Veloc.rell.</i>	<i>max. mL/min</i>

#### ***Estadística:***

<i>Status:</i>	no
----------------	----

#### ***Preselecciones:***

<i>Llamada ident:</i>	<i>id1</i>
<i>Llamada peso:</i>	<i>todo</i>
<i>Puls.activación:</i>	<i>no</i>

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-36	Versión: 06	Página: 6 de 9

**NOTA 4:** las muestras a analizar se procesan de acuerdo al procedimiento indicado, pero dado el caso en que la titulación se demore un tiempo considerablemente alto, se corre nuevamente con un volumen de muestra menor a 50 mL y con condiciones de titulación diferentes, así: un gama de regulación de 2 y una velocidad máxima de adición de hasta 15 mL/min (condiciones útiles para patrones altos y por tanto para concentraciones de acidez entre 200 y 300 mg CaCO<sub>3</sub>/L).

## 8. CÁLCULOS Y RESULTADOS

### Normalidad ácido sulfúrico 0.1 N o 0.02 N:

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

**Donde:**

**A**= gr de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pesados para preparar la solución de carbonato de sodio 0.05 N

**B**= mL de soluciòn de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> tomados para la titulaciòn

**C**= mL de ácido empleados

### Normalidad hidróxido de sodio 0.1 N y 0.02 N:

$$\text{Normalidad} = \frac{A \times B}{204.2 \times C}$$

**Donde:**

**A**= g de KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> pesados en un matraz de 1 L

**B**= mL de solución KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> tomados para la titulaciòn

**C**= mL de solución de NaOH utilizados

**204.2**= peso equivalente de KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>

### Cálculo de la Acidez:

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-36	Versión: 06	Página: 7 de 9

Para patrones y muestras limpias con pH bajo y/o que no requieran ajuste de pH inicial con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, el cálculo se realiza de la siguiente forma:

$$\text{Acidez, como mg de CaCO}_3/L = \frac{[(A \times B)] \times 50\,000}{mL \text{ de muestra}}$$

Para muestras que requieran un ajuste inicial del pH, se debe tener en cuenta la cantidad de adición y la concentración del ácido (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), así:

$$\text{Acidez, como mg de CaCO}_3/L = \frac{[(A \times B) - (C \times D)] \times 50\,000}{mL \text{ de muestra}}$$

Dónde:

**Acidez** [=] mg CaCO<sub>3</sub>/L.

**A**: mL de NaOH como titulante usados

**B**: normalidad del NaOH

**C**: mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> usados

**D**: normalidad del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> usado en el ajuste de pH de la muestra.

**mL**: volumen de la muestra titulada.

## 9. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Por cada lote de máximo 20 muestras analizadas, ejecute los siguientes controles de calidad:

- Analizar un **blanco**, como medida de control interno y para verificar la calidad del agua de trabajo.
- Analizar un **patrón de 20 mg/L**, % Error aceptado ≤ 15%.
- Analizar una **muestra por duplicado**. RPD ≤ 20%.

Mensualmente:

- Verificar la estandarización del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con el Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, la diferencia no debe ser mayor del 10%.
- Estandarizar el NaOH, para ello se realizan los patrones de ftalato ácido de potasio (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) teniendo en cuenta que 0.1 g equivale a 2.0 g/L de ftalato. El peachímetro se calibra cada vez que se realiza una prueba.

## 10. MANTENIMIENTO

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-36	Versión: 06	Página: 8 de 9

El electrodo de pH se debe mantener con una solución interna de KCl fresca, de la misma manera dentro del émbolo de almacenamiento mientras no esté en uso.

## 11. BIBLIOGRAFÍA

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION, WATER ENVIRONMENT FEDERATION. IN: LIPPS WC, BRAUNTHOWLAND EB, BAXTER TE. EDS. STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER, 24TH ED. WASHINGTON DC: APHA PRESS; 2023. SECCIÓN SM 2310 B.

## 12. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
11/08/2017	300-03-10-23-0990	01	Aprobación inicial con código y nombre D-5.4-75: MÉTODO ANALÍTICO TITULOMÉTRICO AUTOMÁTICO PARA LA ACIDEZ.
06/10/2017	300-03-10-23- 01270	02	Se cambió el nombre del documento, indicando las secciones específicas del método y en la sección de seguimiento y control se eliminó el patrón de 200 mg/L y se amplió a 20% el error aceptado para los patrones de 20 mg/L (como control interno). Por otro lado se eliminó la condición fisicoquímica de conductividad y pH del agua desionizada de trabajo – en la sección de preparación de reactivos. Los cambios antes mencionados se encuentran cobijados por las exigencias indicadas en el <i>"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 22 ed., New York, 2012"</i> . Acidez: Titulométrico, SM 2310 A,B.
15/08/2018	300-03-10-23-1436	03	Se eliminó la mención de la edición del SM de manera textual a lo largo del documento. En la NOTA 2 del PROCEDIMIENTO (Sección 7) se indica la toma de un volumen menor a 50 ml para titulaciones que se extiendan mucho al momento de la titulación. Se redujo a 15% el porcentaje de error para patrón de seguimiento, de acuerdo a lo indicado en la sección de control de calidad 2020 B – 2 del SM Ed. 23.
19/11/2019	300-03-10-23-1429	04	Se agrega en la estructura del método, la sección 2 – ALCANCE, así: "De acuerdo a lo experimentado y establecido en la verificación del método, se define que la determinación titulométrica del analito es aplicable para las matrices residual industrial y superficial". Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-75 a D-7.2-36 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	05	Se actualiza el documento para la determinación de Acidez de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 2310 B de 2022, edición 24.
09/07/2025	100-03-10-23-1338	06	Se actualiza el documento para la determinación de Acidez de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 2310 B de 2023, edición 24.

Última línea-----última línea-----última línea