



PROCEDIMIENTOS RECOMENDADOS PARA LA DETERMINACIÓN ANALÍTICA DE CIERTOS PARÁMETROS EN LAS AGUAS DESALADAS

[Introducción](#)

[Cloruros](#)

[Calcio](#)

[Dureza Total](#)

[Magnesio](#)

[Alcalinidad](#)

Fundación

Centro Canario del Agua

1. - INTRODUCCIÓN

El proceso de desalación de aguas de mar reduce a concentraciones muy pequeñas la presencia de determinados constituyentes, en especial el calcio, los bicarbonatos y los sulfatos, requiriendo en algunos casos la incorporación de estos compuestos (remineralización) para alcanzar unas concentraciones deseables.

Las concentraciones de estos elementos presentes en las aguas desaladas se encuentran cercanas a los límites de detección de los procedimientos descritos por la bibliografía comúnmente utilizada por los laboratorios de aguas, lo que podría comprometer la precisión de las medidas.

Por otro lado, las altas concentraciones de otros elementos en las aguas desaladas pueden implicar riesgos de errores importantes derivados del gran volumen de reactivos utilizado en el ensayo.

La reciente entrada en vigor del R.D. 140/2003 que establece los criterios sanitarios de la calidad de consumo público y la necesidad de evaluar con precisión el propio proceso de desalación y posterior remineralización, hace necesaria la adopción de nuevos métodos analíticos o la adaptación de los comúnmente utilizados en los laboratorios de control.

En este documento se definen los procedimientos analíticos y los métodos de trabajo más idóneos para optimizar los límites de detección y precisión de los ensayos de aguas desaladas.

2.- PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO PARA LA DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN AGUAS DESALADAS

REFERENCIA: Método analítico para la determinación de Cl^- (mg/l) en aguas desaladas.

2A.- Objetivo

El objetivo es describir el procedimiento para la determinación de la concentración de Cloruros mediante titulación argentométrica en aguas desaladas.

2B.- Alcance

Este procedimiento se establece para la determinación de los Cloruros en aguas desaladas.

2C.- Documentación de referencia

UNE 77-041-83

Method 4500 Cl^- -B Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.

2D.- Procedimiento operativo:

1º) Se tomarán **50 ml.** de muestra o dilución de esta, medida mediante probeta y se colocarán en matraces Erlenmeyer de 250 ml de capacidad.

2º) Si el valor de pH de la muestra es inferior a 7 o superior a 8,5, **se ajustará éste a las concentraciones de este intervalo de pH siendo preferible la neutralidad**, se usará para ello una disolución de NaOH 2% y/o HNO_3 1,3%.

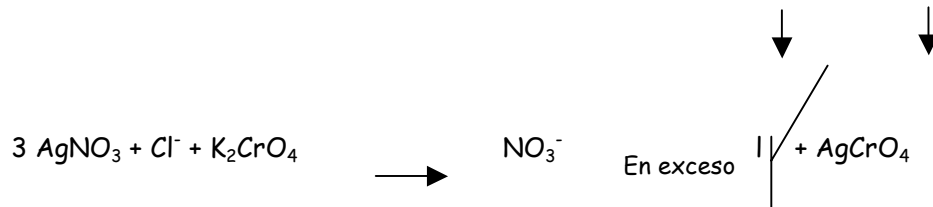
3º) Se añadirá **1 ml.** de disolución indicadora de K_2CrO_4 **5%**.

4º) Se valorará volumétricamente con la disolución AgNO_3 **0.05N**. La valoración se realizará con una bureta de color topacio. El punto final de la valoración coincidirá con la aparición de la **coloración naranja - pardo rojiza** característica del cromato de plata

2E.-Cálculo:

$\text{Cl}^- \text{ (mg/l)} = [\text{N AgNO}_3 \text{ (eq/l)} \times \text{X factor de dilución de AgNO}_3 \times \text{ml AgNO}_3 \text{ de valoración} \times 35.453 \times 1000 \times] / \text{ml de muestra o dilución de ésta} \times \text{Factor de dilución de la muestra}$

Reacción:



2F.- Material y equipos

Bureta
Matraces aforados
Pipetas
Erlenmeyer
Balanza analítica

• Método operativo para la elaboración de la disolución de AgNO_3 0,05N.

Otras referencias:

Método argentométrico para la determinación de Cl^- (mg/l) en aguas desaladas.

UNE 77-041-83

Method 4500 Cl^- -B Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.

Procedimiento operativo:

1º) Se tomarán **8.4935 g** o relación volumétrica de AgNO_3 y se añadirán a un volumen de 750 ml. de **agua destilada (ultrapura exenta de Cloruros)**.

2º) Se enrasará en matraces aforados de 1000 ml o relación volumétrica.

3º) Esta disolución se titulará mediante la valoración volumétrica de **100 ml.** de una disolución con dilución **5/100 de NaCl 1N (SV)**

Cálculo de la N de la disolución de AgNO_3 :

$\text{AgNO}_3 \text{ (eq/l)} = 5 / \text{ml AgNO}_3 \text{ Valoración}$

• Método operativo para la elaboración de la disolución indicadora de K_2CrO_4 5% .

Otras referencias:

Método argentométrico para la determinación de Cl^- (mg/l) en aguas desaladas.

UNE 77-041-83

Method 4500 Cl^- -B Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.

Procedimiento operativo:

- 1º) Se disolverán **50g** de K_2CrO_4 en **100 ml** agua destilada exenta de cloruros.
- 2º) Se añadirá a la disolución anterior $AgNO_3$ 0.01N hasta que se forme un precipitado rojo persistente.
- 3º) Esta disolución se dejará reposar durante un periodo de **12 horas** como mínimo.
- 4º) Se filtrará la disolución anterior con filtro de papel tipo Whatman y se enrasará a 1000 ml.

3. PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO PARA LA DETERMINACIÓN DE CALCIO EN AGUAS DESALADAS

REFERENCIA: Método analítico para la determinación de Ca^{+2} (mg/l) por complexometría en aguas desaladas.

NOTAS:

Los valores de alcalinidad total de las aguas superiores a 300 mg/l de $CaCO_3$, pueden generar dificultad en el viraje de la valoración complexométrica.

3A.- Objetivo

El objetivo es describir el procedimiento para la determinación de la concentración de Calcio mediante titulación complexométrica en aguas desaladas.

3B.- Alcance

Este procedimiento se establece para la determinación de Calcio y dureza en de aguas desaladas.

3C.- Documentación de referencia

Method 3500-Ca D Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.
UNE-77013:1989
ISO-6058:1984

3D.- Procedimiento operativo:

- 1º) Se tomarán **100 ml** de muestra y se pasarán a matraces Erlenmeyer de 250 ml. Si el valor de alcalinidad de la muestra es superior a 300 mg/l, se tomará un dilución de la muestra tal que la alcalinidad de esta se sitúe en valores inferiores a 300 mg/l.
- 2º) Se añadirá **2 ml. de la disolución NaOH 1N**, o cantidad suficiente de ésta para alcanzar un valor de pH de la muestra entre 12 y 13.
- 2º) Se añadirán una "**punta de espátula**" del indicador (**Murexida 0.2% en NaCl**, preparado según procedimiento específico). **El espacio de tiempo entre la adición del indicador y la titulación posterior deberá ser lo más pequeña posible, añadiendo el indicador inmediatamente antes de la titulación.**
- 3º) Se valorará con ayuda de una bureta enrasada con la solución valoradora de **EDTA 0.02 N** (0.01M) (preparada según procedimiento específico) o dilución de ésta. El punto final de la valoración coincidirá con el viraje de coloración **rosa a púrpura**, se confirmará con el punto de viraje con la adición de 1 gota de EDTA 0.02N.

3E.- Cálculo:

$Ca \text{ (mg/l)} = [N \text{ EDTA (eq/l)} \times X \text{ factor de dilución de EDTA} \times \text{ml EDTA de valoración} \times 20.04 \times 1000] / \text{ml de muestra}$

3F.- Material y equipos

Bureta
Matraces aforados
Pipetas
Erlenmeyer

- **Método operativo para la elaboración del indicador de Murexida para la determinación de Ca^{+2} (mg/l) en aguas.**

Otras referencias:

Método de Complexometría
Method 3500-Ca D Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.
UNE-77013:1989
ISO-6058:1984

Procedimiento operativo:

- 1º) Se pesarán **200 mg de Murexida** en polvo y **100 g de NaCl**.
- 2º) La mezcla anterior se triturará en mortero hasta la mínima granulometría (40 o 50 mallas).

- **Método operativo para la elaboración de la solución valoradora de EDTA 0.02N para la determinación de Ca^{+2} y Dureza en aguas.**

Otras referencias:

Método de Complexometría
Method 3500-Ca D y 2340 C Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.
UNE-77013:1989
ISO-6058:1984

Procedimiento operativo:

- 1º) Se tomarán 100 ml. de la disolución **EDTA 0.1M SV** y se enrasarán en matraces aforados de 1000 ml.

4.- PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA DUREZA TOTAL EN AGUAS DESALADAS

REFERENCIA: Método analítico para la determinación de la Dureza Total por complexometría en aguas desaladas.

NOTAS:

Los valores de alcalinidad total de las aguas superiores a 300 mg/l de $CaCO_3$, pueden generar dificultad en el viraje de la valoración complexométrica.

4A.- Objetivo

El objetivo es describir el procedimiento para la determinación de la concentración de la Dureza total mediante titulación complexométrica en aguas desaladas.

4B.- Alcance

Este procedimiento se establece para la determinación de la Dureza total en de aguas desaladas.

4C.- Documentación de referencia

2340 C Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.

4D.- Procedimiento operativo:

1º) Se medirán **100 ml** de muestra o dilución de ésta mediante probetas u otro utensilio volumétrico en matraces Erlenmeyer de 250 ml.. Si el valor de alcalinidad de la muestra es superior a 300 mg/l, se tomará un dilución de la muestra tal que la alcalinidad de esta se sitúe en valores inferiores a 300 mg/l.

2º) Se añadirán **1 o 2 ml** de la solución amortiguadora tampón de pH para la determinación de la Dureza (elaborada según procedimiento operativo específico).

3º) se añadirán **1 o 2 gotas** de solución indicadora **Negro de eriocromo 1%**.

4º) Se valorará con ayuda de una bureta con enrasada con la solución valoradora con (**EDTA 0.02 N (0.01M)** preparada según procedimiento específico) o dilución de esta. El punto final de la valoración coincidirá con el viraje de coloración **púrpura a azul**, se confirmará con el punto de viraje con la adición de 1 gota de EDTA 0.02N.

4E.- Cálculo:

Dureza Total (mg/l de CaCO₃) = [N EDTA (eq/l) × X factor de dilución de EDTA × ml EDTA de valoración × 50.044 × 1000] / ml de muestra

4F.- Material y equipos

Bureta

Matraces aforados

Pipetas

Erlenmeyer

5.- PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO PARA LA DETERMINACIÓN DE MAGNESIO EN AGUAS DESALADAS

REFERENCIA: Método analítico para la determinación del Mg⁺² por complexometría en aguas desaladas.

5A.- Objetivo

El objetivo es describir el procedimiento para la determinación de la concentración de la concentración de Magnesio mediante titulación complexométrica en aguas desaladas.

5B.- Alcance

Este procedimiento se establece para la determinación de la concentración de Magnesio en aguas desaladas.

5C.- Documentación de referencia

Method 3500-Ca D y 2340 C Standard Methods of Examination of Water and Wastewater.
UNE-77013:1989
ISO-6058:1984

5D.- Procedimiento operativo:

- 1º) Se seguirá el procedimiento analítico para determinación de Ca^{+2} (mg/l) en aguas por complexometría
- 2º) Se seguirá el procedimiento analítico para la determinación de la Dureza Total por complexometría en aguas.

5E.- Cálculo:

Magnesio (mg/l) = [(Dureza total mg/l de $CaCO_3$ / 50.044) - (Ca^{+2} mg/l de Ca / 20.04)] × 12.156

6.- PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA ALCALINIDAD EN AGUAS DESALADAS

REFERENCIA: Método analítico para la determinación de la Alcalinidad en aguas desaladas por valoración ácida en aguas desaladas.

NOTAS:

Altas concentraciones de ácidos húmicos, fosfatos, citratos y tartratos causan interferencias en la analítica.

El análisis deberá realizarse en las 24 horas posteriores a la toma de la muestra.

No se deberá filtrar, diluir, concentrar o alterar la muestra.

Si existe cloro libre residual en la muestra, deberá añadirse 0.05 ml. (una gota) de Tiosulfato sódico 0.1 M, cuya preparación se indicará en el apartado correspondiente a la preparación de reactivos.

6A.- Objetivos

El objetivo es describir el procedimiento para la determinación de la alcalinidad y sus especies mediante titulación ácida en aguas desaladas.

6B.- Alcance

Este procedimiento se establece para la determinación de los Carbonatos, Bicarbonatos e Hidróxidos en de aguas desaladas.

6C. - Documentación de referencia

2320 B Método de Titulación; Standard Methods for the Examination of water and wastewater
UNE-EN ISO 9963-1:1996 Calidad del agua. Determinación de la alcalinidad. Parte 1:
Determinación de la alcalinidad total y compuesta (ISO 9963-1:1994).

UNE-EN ISO 9963-2:1996 Calidad del agua. Determinación de la alcalinidad. Parte 2:
Determinación de la alcalinidad del carbonato (ISO 9963-2:1994).

6E. - Procedimiento operativo:

1º) Se tomará, en principio, un volumen de 100 ml de muestra en un erlenmeyer limpio.

2º) Se añadirá a dicha muestra 2 o 3 gotas de solución indicadora **Fenolftaleína al 1%**.

3º) Si la reacción anterior da coloración rosa se valorará volumétricamente la muestra con **Ácido Sulfúrico H₂SO₄ 0.01N** (preparada según procedimiento específico). El punto final de la valoración coincidirá con la desaparición de la coloración rosa pasando a incolora, coincidiendo con el valor de **pH 8.3** comprobándose el valor de pH mediante phmetro. Anotaremos el volumen gastado (volumen 1).

4º) A continuación añadimos a dicha muestra 6 o 7 gotas de solución indicadora **Anaranjado de Metilo al 0.5%**,

5º) Se valorará volumétricamente la muestra con **Ácido Sulfúrico H₂SO₄ 0.01N**. El punto final de la valoración coincidirá con el viraje de coloración amarilla a naranja, coincidiendo con valores de **pH entre 4.3 y 4.7**. Anotaremos el volumen gastado (volumen 2) y el pH alcanzado en dicha valoración.

6F. - Cálculos

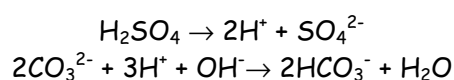
Se aplicará la siguiente tabla de cálculos:

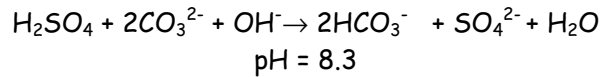
RESULTADO DE LA TITULACIÓN	ALCALINIDAD DE HIDRÓXIDOS COMO CaCO ₃	ALCALINIDAD DE CARBONATOS COMO CaCO ₃	CONCENTRACIÓN DE BICARBONATOS COMO CaCO ₃
P = 0	0	0	T
$P < \frac{1}{2} T$	0	2P	T - 2P
$P = \frac{1}{2} T$	0	2P	0
$P > \frac{1}{2} T$	2P - T	2(T - P)	0
P = T	T	0	0

Donde P = Alcalinidad resultante de la primera valoración

$$P = \text{Alcalinidad } 1 \text{ mg / l CaCO}_3 = (N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times \text{Volumen 1 (ml)} \times 50.044 \times 1000) / \text{ml. de muestra}$$

La reacción que tiene lugar es la siguiente:

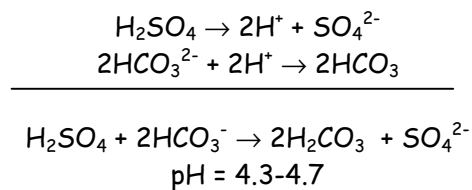




Donde T = Alcalinidad resultante de la segunda valoración

$$T = \text{Alcalinidad total mg / l CaCO}_3 = (N_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times (\text{Volumen 1 (ml)} + \text{Volumen 2 (ml)}) \times 50.044 \times 1000) / \text{ml. de muestra}$$

La reacción que tiene lugar es la siguiente:



La **ALCALINIDAD TOTAL = TAC** será la suma de aquellas especies iónicas que hayamos obtenido.

Debemos tener en cuenta que podemos expresar los resultados en mg/l de la propia especie

$$\text{mg / l CO}_3^{2-} = (\text{Alcalinidad de Carbonatos como CaCO}_3 / 50.044) \times 60.008$$

$$\text{mg / l HCO}_3^- = (\text{Alcalinidad de Bicarbonatos como CaCO}_3 / 50.044) \times 61.008$$

$$\text{mg / l OH}^- = (\text{Alcalinidad de Hidróxidos como CaCO}_3 / 50.044) \times 60.008$$

6F.- Materiales y equipos

Bureta

Matraces aforados

Pipetas

Erlenmeyer

- **Método operativo para la preparación de la solución ácida valoradora de NaSO₄ 0.01N usada en la determinación de la Alcalinidad de las aguas desaladas.**

1º) Se tomarán 5 ml. de Ácido sulfúrico 2N SV y se enrasará en un matraz aforado de un litro con agua destilada.