

 Centro de Gestión Industrial	Servicio Nacional de Aprendizaje SENA SISTEMA INTEGRADO DE GESTIÓN INSTRUCTIVO PARA LA DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL	Versión: 01 Fecha: Julio de 2014
--	---	-------------------------------------

CÓDIGO ENSAYO	QAI-ACE1-001
PROGRAMA	
NORMA DE COMPETENCIA	
RESULTADO DE APRENDIZAJE	

1. *Discusión general*

Esta normativa técnica se utiliza para la determinación de dureza total en aguas Superficiales, subterráneas y efluentes domésticos e industriales. La dureza total se define como la suma de concentración de iones calcio y magnesio, expresados como carbonato de calcio, en mg/L. Los iones calcio y magnesio forman complejos estables con etilendiaminotetra-acetatodisódico. El punto final de la titulación es detectado por el indicador Negro de Eriocromo-T, el cual posee rosado en la presencia de calcio y magnesio y un color azul cuando los cationes están formando complejo con EDTA. [1]

2. *Materiales*

- a) Matraz Erlenmeyer de 250 mL
- b) Buretas de 25 mL
- c) Pipetas aforadas de 10 mL
- d) Pipetas graduadas de 1 mL
- e) Matraz aforado de 1000 mL (2)
- f) Gotero
- g) Espátula
- h) Frasco lavador
- i) Beaker de 50 mL (2)
- j) Probeta de 100 mL
- k) Microespatula
- l) Pipetador
- m) Vidrio de reloj
- n) Agitador de vidrio

3. Instrumentos

- a) *Balanza analítica*, con precisión de 0,0001 g.
- b) *Horno de secado* con control de temperatura o termobalanza.

4. Reactivos y preparación

- a) *Solución Buffer: disolver 1.179 g de etilendiaminotetra-acetato disódico dihidratado y 780 mg de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ o 644 mg de $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ en 50 mL de agua destilada. En la cabina de extracción agregar a esta solución 16.9 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) y 143 mL de hidróxido de amonio (NH_4OH) concentrado. Mezclar y diluir a 250 mL con agua destilada. Almacenar en botella de plástico.*
- b) Indicador Negro de Eriocromo-T (NET): mezclar 0.5 g de NET con 100 mL de Etanol.
- c) Solución titulante de EDTA 0.01M: disolver 3.723 g de etilendiaminotetra-acetato disódico dihidratado en agua destilada y diluir a 1000 mL. Guardar en botella de plástico. Titular contra solución patrón de calcio.
- a) Solución estándar de calcio, 1 g $CaCO_3/L$: pesar 1.000 g de $CaCO_3$ anhidro seco en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Agregar lentamente solución de HCl 6 N hasta que todo el carbonato de calcio se halla disuelto. Agregar 200 mL de agua destilada y hervir 5 minutos para eliminar completamente el CO_2 . Enfriar, agregar unas gotas de rojo de metilo y ajustar al color intermedio naranja agregando solución 3N de NH_4OH o solución 6 N de HCl. Transferir cuantitativamente y enrasar a 1000 mL en matraz aforado con agua destilada.

5. Elementos de Protección Personal (EPP) y dispositivos de seguridad

Para la realización de esta práctica es necesario el uso de los siguientes EPP y dispositivos de seguridad:

- Cabina de extracción.
- Fuente lava ojos.
- Gafas de seguridad.
- Guantes de nitrilo gruesos y delgados.

6. Condiciones de seguridad

- Use los EPP permanentemente mientras permanece dentro del laboratorio. No se retire los EPP hasta que haya abandonado definitivamente el laboratorio.
- **Manipulación del hidróxido de amonio.**
 - Sustancia muy corrosiva para los ojos, la piel y el tracto respiratorio. Corrosivo por ingestión. La inhalación del aerosol puede originar edema

pulmonar. Utilice los EPP adecuados. Manipule siempre en la cabina de extracción.

- Asígnele un lugar en el laboratorio separado de ácidos fuertes, metales y materiales combustibles.
- Almacene en lugar seco y bien cerrado.

7. Procedimiento Estandarización de la solución de EDTA 0,01 M

- Transfiera una alícuota de 10 mL de la solución Estándar de calcio a un Erlenmeyer de 250 mL.
- Agregar aproximadamente 20 mL de agua tipo II.
- Agregar 1 o 2 mL de solución buffer. El pH deberá ser 10.0 ± 0.1 , en caso contrario descartar la solución buffer.
- Agregar 3 gotas de reactivo indicador.
- Titular con solución de EDTA lentamente y agitando continuamente hasta viraje de color de la solución de rosado a azul. Completar la titulación dentro de los cinco minutos siguiente al agregado de la solución buffer.
- Realice el ensayo por triplicado para asegurar repetibilidad.

Titular con solución de EDTA lentamente y agitando continuamente hasta viraje de color de la solución de rosado a azul. Completar la titulación dentro de los cinco minutos siguiente al agregado de la solución buffer

8. Procedimiento Titulación de la muestra

- Seleccionar un volumen de muestra que requiera un gasto de EDTA menor a 15 mL (Para agua potable tomar una alícuota de 100 mL). Diluir la muestra a 50 mL con agua destilada.
- Agregar 1 o 2 mL de solución buffer. El pH deberá ser 10.0 ± 0.1 , en caso contrario descartar la solución buffer.
- Agregar 3 gotas de reactivo indicador.
- Titular con solución de EDTA lentamente y agitando continuamente hasta viraje de color de la solución de rosado a azul. Completar la titulación dentro de los cinco minutos siguiente al agregado de la solución buffer.
- Realice el ensayo por triplicado para asegurar repetibilidad.

9. Cálculos y expresión de resultados

$$\text{Molaridad de la solución de EDTA (M)} = \frac{0,01 * 10}{V1}$$

Donde,

V1: volumen de solución de EDTA consumidos en la titulación, mL

$$\text{Dureza total, mg CaCO}_3/\text{L} = \frac{M \cdot G1 \cdot 100000}{V1}$$

V1: volumen de muestra tomados para la determinación, mL

G1: volumen de solución de EDTA consumidos en la titulación de la muestra, mL

M: Molaridad de la solución de EDTA.

10. Manejo de residuos peligrosos

- a) Deseche por el fregadero todos los residuos generados en las titulaciones.
- b)** Disponga las soluciones sobrantes en el fregadero excepto la solución amortiguadora dadas sus características se puede almacenar y utilizar en otra práctica.

Documentos de referencia

[1] AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 18th Edition. Washington , APHA, 1992. pp 2-36 - 2-38.

11. Anexos

No aplica.

CONTROL DE DOCUMENTO

	Nombre	Cargo	Dependencia	Fecha
Elaboración				
Revisión				
Aprobación				

CONTROL DE CAMBIOS

Versión No.	Fecha de aprobación	Descripción del cambio	Solicitó