QUINPE

DETERMINACIÓN DE DUREZA DEL CALCIO

AIT_22_08



Revisión Nº: 0

Fecha: 26/12/19

DETERMINACIÓN DE DUREZA DEL CALCIO

1.0 OBJETIVO

Este procedimiento es aplicable a la determinación cuantitativa de la dureza de calcio en soluciones acuosas.

2.0 ALCANCE

Los iones Ca ++ se pueden valorar con EDTA a pH 12 para formar un complejo catiónico soluble e incoloro con un punto final de valoración de calcon. El complejo del vino, formado por calcon-Ca ++, es menos estable que el formado entre el ion y el EDTA, por lo que con la adición de este segundo la muestra cambia de vino a azul, que es la coloración del calcon puro en medio alcalino.

3 INTERFERENCIAS

- 3.1 Cobre superior a 2 ppm, Hierro II superior a 20 ppm, Hierro III superior a 20 ppm, Manganeso superior a 10 ppm, Zinc superior a 5 ppm, Plomo superior a 5 ppm, Aluminio superior a 5 ppm, Estaño superior a 5 ppm, interfieren con el análisis. Algunas de estas interferencias pueden evitarse agregando Trietanolamina a la muestra.
- 3.2 El ortofosfato precipita calcio a la prueba de pH.
- 3.3 El estroncio y el bario interfieren con la determinación.
- 3.4 La alcalinidad mayor de 300 ppm causa un punto de inflexión indistinto.
- 3.5 sílice de más de 100 ppm interfiere.
- 3.6 Las muestras fuertemente coloreadas dificultan ver el punto de inflexión. Si el contenido de dureza no es demasiado bajo, se puede evitar el problema diluyendo la muestra.

4 APARATO

- 4.1 Bureta, capacidad 50mL
- 4.2 Erlenmeyer, capacidad 125mL
- 4.3 Probeta, capacidad 50 ml
- 4.4 Pipeta graduada, capacidad 5 ml
- 4.5 Embudo de vidrio 7,5cm
- 4.6 Papel de filtro cuantitativo 12.5cm
- 4.7 Espátula con medidor, capacidad 0,25g
- 4.8 Agitador magnético (opcional)
- 4.9 Barra de teflón magnetizada (opcional)

DETERMINACIÓN DE DUREZA DEL CALCIO



AIT_22_08



Revisión №: 0 Fecha: 26/12/19

5 REACTIVOS

- 5.1 Hidróxido de Potasio 15%, 500 ml
- 5.2 indicador calcon (Sección, 500 ml) (Polvo, 100 gramos)
- 5.3 EDTA (0.0025M) (0.01M)
- 5.4 Trietanolamina 500 ml (1: 1) (Conc)

6 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES DE REACTIVO

Todos los reactivos y soluciones de reactivos enumerados en el punto 5, están disponibles para su uso según lo indicado por el código individual. Para obtener más información sobre la preparación y estandarización de las soluciones de reactivos, consulte el Manual de preparación de reactivos de laboratorio - BetzDearborn.

Es importante destacar que PA y reactivos específicos no están incluidos en este manual, ya que son reactivos de uso común en el mercado y no requieren ninguna preparación / dilución previa.

7 PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

Use equipo de protección personal adecuado para la peligrosidad de las muestras y reactivos.

8 CONSTRUCCIÓN DE CURVA DE CALIBRACIÓN

No aplicable.

9 PROCEDIMIENTO

- 9.1 Recoger con un cilindro de muestra de 50 ml, transferir a un matraz cónico de 125 ml. (Ver Nota 2).
- 9.2 Añadir 2 ml de Potasio al 15%. Homogeneizar
- 9.3 Agregue dos gotas de indicador de calcon en solución o con la ayuda del medidor o aproximadamente 0.25 gramos de polvo de calcon. Homogeneizar
- 9.4 Valorar con 0,0025 M o 0,01 M EDTA (si la concentración de dureza de calcio es alta) hasta que el color cambie de vino a azul. Tenga en cuenta el volumen (V) obtenido.

Nota 1

Se pueden usar vasos desechables para reemplazar el matraz cónico de 125 ml.

Nota 2:

Las muestras de los sistemas de generación de vapor deben filtrarse en papel cuantitativo antes del análisis.

Nota 3:

Para evitar problemas de interferencia, después del hidróxido de sodio (elemento 9.2), 2 ml de Trietanolamina 1: 1 o 1 ml de Trietanolamina P.A.



DETERMINACIÓN DE DUREZA DEL CALCIO

AIT_22_08



Revisión Nº: 0 Fecha: 26/12/19

10 CÁLCULOS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

10.1 Cuando se usa 0.0025M EDTA

Dureza de calcio (ppm) (como CaCO3) = (V) x 5

10.2 Cuando se usa 0.01M EDTA

Dureza de calcio (ppm) (como CaCO3) = (V) x 20

Dónde:

V = Volumen de EDTA en ml obtenido en el ítem 9.4.

Nota 4:

Los resultados deben expresarse hasta dos dígitos después de la coma.

La incertidumbre analítica, cuando corresponda, se determinará de acuerdo con IT-500-03.

11 MESA DE PESAJE

No aplicable.

12 <u>TIEMPO DE ANÁLISIS</u>

Tiempo total para realizar el procedimiento analítico: 10 minutos.

13 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 13.1 Métodos estándar 15ª edición 1980 311 C
- 13.2 ASTM D1126 Volumen 1101 Agua (1) 1987
- 13.3 Manual del analista de campo BetzDearborn 1996 VEN-030.