	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 1 de 14

## 1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de Ca y Mg en matriz de agua de forma confiable, por el método titrimétrico para el Ca y por cálculo para el Mg.

## 2. ALCANCE

Este método es aplicable a aguas superficiales. Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial; los rangos de aplicación son:


Concentración de Ca = 1.0 a 400mgCa/L.

Concentración de Mg = 0.6 a 250 mgMg/L.

Los siguientes son los resultados obtenidos en la validación del método:

### DATOS VERIFICACIÓN DE DETERMINACIÓN DE Ca

<b>CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO</b>			
<b>CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-I030</b>			
<b>FECHA DE INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 29-10-2018</b>			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	1. CUADRO DE PARAMETROS DE CONFIRMACIÓN O VALIDACIÓN OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION	1.0	mg Ca/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISIÓN EN TERMINOS DE % CV	3.54	%	Nivel de concentración bajo STD Eb 2.0 mg Ca/L
	3.99	%	Nivel de concentración bajo STD Em 200 mg Ca/L
	4.15	%	Nivel de concentración alto STD Ea 360 mg Ca/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	4.30	%	Nivel de concentración bajo STD 2.0 mg Ca/L
	1.32	%	Nivel de concentración media STD 200 mg Ca/L
	0.98	%	Nivel de concentración alto STD 360 mg Ca/L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.0-400	mg Ca/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	1.0-400	mg CaCO <sub>3</sub> /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	N.A	N.A	N.A
	N.A	N.A	N.A

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 2 de 14


INCERTIDUMBRE %	0.77	95.45 %	Nivel de concentración bajo STD Eb 1.3 mg Mg/L
-----------------	------	---------	---

DATOS VERIFICACIÓN DE DETERMINACIÓN DE Mg

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO:M-S-LC-I030			
FECHA DE INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 29-10-2018			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	2. CUADRO DE PARAMETROS DE CONFIRMACIÓN O VALIDACIÓN OBSERVACIÓN
LIMITE DE DETECCION	0.6	mg Mg/L	Corresponde al límite de cuantificación
PRECISIÓN EN TERMINOS DE % CV	3.54	%	Nivel de concentración bajo STD Eb 1.3 mg Mg/L
	3.99	%	Nivel de concentración bajo STD Em 125 mg Mg/L
	4.15	%	Nivel de concentración alto STD Ea 225 mg Mg/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	4.30	%	Nivel de concentración bajo STD 1.3 mg Mg/L
	1.32	%	Nivel de concentración media STD 125 mgMg/L
	0.98	%	Nivel de concentración alto STD 225 mg Mg/L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	06-250	mg Mg/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL MÉTODO	0.6-250	mg CaCO <sub>3</sub> /L	Con la mayor dilución posible o aceptable
RECUPERACIÓN EXPRESADO COMO %	N.A	N.A	N.A
	N.A	N.A	N.A

### 3. DEFINICIONES

- **SM:** Standard Methods.
- **EDTA:** ácido etilendiaminetetradiacético y sus sales de sodio.
- **Titulación:** método de análisis químico utilizado para determinar la concentración desconocida de un reactivo a partir de un reactivo con concentración conocida.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 3 de 14

- **Blanco de Reactivos o Blanco de Método (MB):** agua ultra pura que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos solventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra.
- **Blanco Fortificado de Laboratorio (LFB):** es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco.
- **Muestra (M):** cada sistema físico que sea sometido a la metodología de análisis.
- **Duplicado de muestra:** es otra alícuota de la misma muestra, tomada cuando la muestra ha sido homogenizada convenientemente. Seleccione aleatoriamente muestras de rutina para ser analizadas dos veces. Independientemente prepare y analice muestras duplicadas. Incluya al menos un duplicado para cada tipo de matriz diariamente o con cada lote de 20 muestras o menos.
- **Blanco fortificado (LFB):** es una muestra de agua de reactivo a la que se ha añadido una concentración conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar el desempeño de laboratorio, y la recuperación del analito en una matriz en blanco. (El LFB son los estándares de control de la técnica).
- **Límite de Detección del Método (LDM):** concentración de analito que, cuando se procesa a través del método completo, produce una señal con una probabilidad del 99% de ser diferente del blanco.
- **Límite de Cuantificación(LCM):** Es la concentración de analito que produce una señal suficientemente más fuerte que el blanco, de modo que se puede detectar con un nivel específico de confiabilidad durante las operaciones de rutina
- **Intervalo o rango de Lectura:** corresponde al intervalo de concentraciones de un analito para el cual se ha estandarizado el método en este laboratorio.

#### 4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO


Antes de iniciar el análisis químico, revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad de los reactivos.

Utilizar los implementos de seguridad, en la preparación de reactivos. En esta técnica son: bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro para vapores ácidos y guantes de nitrilo. Los residuos producto del análisis de la determinación, se tratan de acuerdo al documento disposición de muestras y residuos de análisis.

#### 5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

##### 5.1. EQUIPOS

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.
- Electrodo pH.
- Bureta digital.
- Agitador magnético
- Plancha de calentamiento.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 4 de 14

### 5.1.1 Verificación de Equipos


Antes de operar los equipos verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de manejo del equipo.

## 5.2. MATERIALES

- Micro-espátula metálica.
- Erlenmeyer de 125 mL
- Balones aforados de 1L Clase A.
- Balones aforados de 100 mL, 200 mL. Clase A o Clase B.
- Pipetas graduadas de 5 mL, Clase B.
- Pipetas aforadas de 25 mL, 3mL, 15 mL.
- Probetas 50 mL.
- Cápsulas de porcelana
- Barra recubierta de TFE y agitadores magnéticos.
- Pipeta pasteur.

## 5.3. REACTIVOS

- Agua ultra pura (UP).
- Hidróxido de sodio: NaOH, 1N: Pesar 40g de NaOH en lentejas. Disolver el NaOH en 800 mL de agua ultra pura. Agitar vigorosamente. (Utilizar la cabina de extracción. Tener cuidado con los vapores). Dejar enfriar y llevar a volumen en un balón aforado de 1000 mL.
- Indicador Murexida (purpurato de amonio): Una mezcla molida de 200 mg del polvo colorante (murexida) con 100 g de NaCl sólido, resulta una forma estable del indicador, tritúrese la mezcla y pasar por malla de hasta 40 a 50. La muestra se debe titular inmediatamente luego de añadir el indicador ya que éste es inestable en condiciones alcalinas.
- Titulante EDTA 0,01 M: pese 3,723 g de etilendiaminotetracetatodisódicodihidrato, grado de reactivo analítico, también llamado sal disódica del ácido tetraacético (EDTA). Y disolverlo en agua destilada hasta 1000 mL. Estandarizar contra la solución estándar de calcio. El titulante extrae cationes productores de dureza de los recipientes de vidrio blando, por lo que debe conservarse en frascos de polietileno (preferible) o de vidrio borosilicato.
- Solución de calcio estándar (1000 mg CaCO<sub>3</sub> /L): pesa 1.000 g de CaCO<sub>3</sub> anhidro polvo (estándar primario o reactivo especial bajo en metales pesados, álcalis y magnesio) vierta en un erlenmeyer de 500 ml. Coloque un embudo en el cuello del Erlenmeyer y agregué poco a poco HCl 1:1 hasta que todo CaCO<sub>3</sub> se disuelva. Agregar 200 ml de agua destilada, hervir durante unos minutos para expulsar CO<sub>2</sub>. Enfriar, agregar unas gotas de indicador rojo de metilo y ajustar al color naranja intermedio añadiendo NH<sub>4</sub>OH<sub>3</sub>N o

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 5 de 14

1:1 HCl, según sea necesario. Transfiera cuantitativamente y diluya a 1000 ml con agua destilada. 1 ml= 1,00 mg de CaCO<sub>3</sub>.

- Solución patrón Ca y Mg (concentración 2030 mg CaCO<sub>3</sub>/L como Dureza total, 400 mg Ca/L y 250 mg Mg/L): Diluya 400 mL de Solución Estándar Trazable de Ca de 1000 mg/L y 250 mL de Solución Estándar Trazable de Mg de 1000 mg/L y aforar a un Litro.

### 5.3.1. PREPARACIÓN ESTÁNDARES DE CONTROL

Los estándares de control se preparan a partir de la Solución patrón de concentración 2030 mg CaCO<sub>3</sub>/L como Dureza total, 400 mg Ca/L y 250 mg Mg/L. Como se muestra en la Tabla de PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES DE CONTROL Ca y Mg.

PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES DE CONTROL Ca y Mg

CONCENTRACIÓN ESTANDAR (mg/L)		Vol. ALICUOTA Sin PARTIDA (mL) Solución patrón Ca y Mg	VOLUMEN FINAL (mL)
Ca	Mg		
10	6.0	5.0	200
100	60	25	100

VALORACION: Tome 5 mL de la solución estándar de calcio 0.01 M, adicione agua hasta aproximadamente 50 mL y proceda como en las muestras, el volumen obtenido permite calcular la molaridad del EDTA.


### 6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

En las condiciones de este ensayo, las siguientes concentraciones de iones no son origen de interferencia cuando se determina dureza cálcica: Cu<sup>2+</sup> 2 mg/L, Fe<sup>2+</sup> 20 mg/L, Fe<sup>3+</sup> 20 mg/L, Mn<sup>2+</sup> 10 mg/L, Zn<sup>2+</sup> 5 mg/L, Pb<sup>2+</sup> 5 mg/L, Al<sup>3+</sup> 5 mg/L y Sn<sup>4+</sup> 5 mg/L.

El ortofosfato precipita el calcio en el pH de la prueba. El estroncio y el bario dan interferencia positiva, y una alcalinidad superior a 300 mg/L puede ser la causa de un punto final indistinguible en las aguas duras, en este caso tomar alícuota menor para la determinación.

Las materias orgánicas coloidales o en suspensión también pueden interferir en el punto final de la titulación con EDTA. Elimine esta interferencia mediante digestión de 50 mL de la muestra con 2 mL HNO<sub>3</sub> casi hasta sequedad, filtre y lleve a volumen con agua ultra pura. En muestras con matriz compleja (alto contenido de sólidos, color alto, etc) evapore la muestra por secado en baño de vapor y calentamiento en horno de mufla a 550°C hasta que se produzca la oxidación completa de la materia orgánica; diluya el residuo en 20 mL de HCl 1N, neutralice a pH 7 con NaOH 1N y complete hasta 50 mL con agua destilada, enfríe a temperatura ambiente y continúe con el procedimiento general

Realizar la titulación a la temperatura ambiente. El cambio de color se hace demasiado lento a medida que la muestra se acerca a la temperatura de congelación.

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 6 de 14

La descomposición del indicador llega a constituir un problema cuando se emplea agua caliente. La realización de la titulación en un tiempo de cinco minutos, reduce al mínimo la tendencia a precipitar del CaCO<sub>3</sub>.

### 6.1 Condiciones Ambientales

No se requieren condiciones ambientales controladas, sin embargo, el área donde se realiza el análisis cuenta con un termo higrómetro para controlar temperatura y humedad diariamente y los datos se registran en el documento M-S-LC-F021 formato condiciones ambientales.

## 7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Las prácticas de control de calidad se consideran parte integrante de cada método, para este método se incluye la siguiente tabla.


Tabla Control de Calidad método 3500-Ca B

CALIBRACIÓN O ESTANDARIZACIÓN	MUESTRA CONTROL (QCS)	BLANCO DEL MÉTODO (MB)	BLANCO FORTIFICADO EN LABORATORIO (LFB)	DUPLICADO	MATRIZ FORTIFICADA EN LABORATORIO (LFM)	DUPLICADO MATRIZ FORTIFICADA EN LABORATORIO (LFMD)
X	X	X	X	X	-	-

Tomado del SM 3020. (- indica un tipo de control de calidad no es obligatorio para el método).

Para los controles analíticos es importante tener en cuenta:

- Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizado el control de calidad.
- Verificar el funcionamiento de la bureta digital, como indica la Guía de manejo Bureta Digital Metrohm 775 Dosimat.
- Efectuar el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.
- Blanco del método (MB): Incluya un blanco con cada lote de muestras o sobre una base del 5%, el que sea más frecuente. La calificación del MB son las siguientes: 1. Sí el MB es menor al LDM, no se requiere calificación. 2. Sí el MB es  $> \frac{1}{2}$  LCM, pero  $<$  LCM y los resultados de la muestra son  $>$  LCM, califique los resultados para indicar que se detectó el analito en el MB. 3. Sí el MB es  $>$  LCM, se tomarán medidas correctivas y la calificación es obligatoria. NOTA: Las muestras analizadas con un blanco contaminado deben ser preparadas y analizadas nuevamente a menos que las concentraciones sean  $\geq 10$  veces las del blanco.
- Incluir un LFB con cada lote de muestras o sobre una base del 5%, el que sea más frecuente. Evalúe el LFB con el porcentaje de recuperación comparando con los límites especificados en los gráficos de control. Sí los resultados del LFB están fuera de control, tome medidas correctivas, incluida la preparación y análisis de las muestras nuevamente, si es necesario.

	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 7 de 14

- Realizar duplicado de una muestra con cada lote de muestras o sobre una base del 5%, el que sea más frecuente. El porcentaje de la diferencia relativa (RPD) entre los duplicados no debe ser mayor al 10% si esto sucede, repetir el análisis. Registrar los valores obtenidos en carta de control.
- Incluir una matriz fortificada (LFM) con cada lote de muestras o sobre una base del 5%, el que sea más frecuente. La matriz fortificada se prepara adicionando una concentración de analito. Si los resultados de la matriz fortificada (LFM) están fuera de control, tome las medidas correctivas para rectificar el efecto de la matriz. Registrar los datos en las cartas de control de recuperación.
- Verificar los estándares de control establecidos para el método (10 y 100 mg Ca/L para Calcio y 6.0 y 60 mg Mg/L para Magnesio). Si el resultado analítico cae fuera de los límites de control normales, deben revisarse los estándares de calibración, los reactivos y material de vidrio. El análisis solo se puede reanudar cuando se corrija el problema.
- Los resultados deben ser reportados en el formato correspondiente a captura de datos de volumetría, y debe ser entregado al líder del grupo de análisis fisicoquímicos.

## 8. DESARROLLO

### 8.1. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El ácido etilendiaminotetraacético y sus sales de sodio (EDTA) forman un complejo de soluble quelado al adicionarlo a las soluciones de algunos cationes metálicos. Cuando se adiciona a una muestra de agua, ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) o su sal, los iones de Calcio y Magnesio que contiene el agua se combinan con el EDTA.


El magnesio (Mg) es el segundo elemento en el Grupo IIA de la tabla periódica; tiene un número atómico de 12, un peso atómico de 24.30, y una valencia de 2. La abundancia promedio de Mg en la corteza terrestre es 2.1%; en suelos es de 0.03 a 0.84%; en las corrientes es de 4 mg / L, y en las aguas subterráneas es de 5mg/L. El magnesio está presente comúnmente en los minerales magnesita y dolomita. El magnesio se usa en aleaciones, pirotecnia, flash fotografía, desecantes, refractarios, fertilizantes, productos farmacéuticos, y alimentos.

La especie acuosa común es Mg +2. Las reacciones de equilibrio del carbonato con el magnesio son más complicadas que para el calcio y las condiciones para la precipitación directa de la dolomita en aguas naturales no es común. Contribuyentes importantes a la dureza de un agua, como las sales de magnesio se rompen cuando se calientan, formando escamas en las calderas. Existen tratamientos como el ablandamiento químico, la ósmosis inversa o el intercambio de iones reduce el magnesio y la dureza asociada a niveles aceptables.

El magnesio es un elemento esencial en la clorofila y en el color rojo de las células de sangre. Algunas sales de magnesio son tóxicas por ingestión o inhalación. Concentraciones mayores a 125 mg / L también pueden tener un efecto catártico y diurético.

El (Ca) es el tercer elemento en el grupo IIA de la tabla periódica, tiene un número atómico de 20, un peso



 <b>IDEAM</b> Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 8 de 14

atómico de 40.08, y una valencia de 2. La abundancia promedio de Ca en la corteza terrestre es de 4.9%; en suelos es de 0.07 a 1.7%; en arroyos es de unos 15 mg/L; y en aguas subterráneas es de 1 a 500 m/L. Las formas más comunes de calcio son el carbonato de calcio (calcita) y el carbonato de calcio y magnesio (dolomita). Los compuestos de calcio son ampliamente utilizados en productos farmacéuticos, fotografía, cal, sales de deshielo, pigmentos, fertilizantes y emplastos. La solubilidad del carbonato de calcio es controlada por el pH y el CO<sub>2</sub> disuelto. Se puede determinar calcio en forma directa, adicionando NaOH para elevar el pH de la muestra entre 12 y 13 unidades, para que el magnesio precipite como hidróxido y no interfiera, se usa, además, un indicador que se combine solamente con el calcio (Murexida). Al adicionar el indicador se forma un complejo de color rosa con el ion calcio y se procede a titular con solución de EDTA hasta la aparición de un complejo color púrpura.

## 8.2. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

Para la determinación de calcio las muestras deben guardarse en recipientes de plástico (polietileno o equivalentes) ó de vidrio, debidamente lavados y enjuagados con HNO<sub>3</sub> 1:1 y secado en estufa. El volumen mínimo de recolección para este tipo de muestras debe ser de 500 mL. El tipo de muestra puede ser simple (o puntual), o compuesta.

La preservación de la muestra se hace agregando HNO<sub>3</sub> hasta un pH<2. Esta preservación debe realizarse en el momento de la toma de muestra. Para muestras compuestas, cada alícuota debe preservarse en el momento de su recolección.

Las muestras deben ser analizadas lo más pronto posible después de su recolección. El almacenamiento máximo recomendado para estas muestras es de 6 meses. Mantenga la muestra refrigerada a 4°C.

En el momento del análisis se debe dejar llevar la muestra hasta temperatura ambiente

## 8.3. LIMPIEZA DE VIDRIERÍA Y MATERIAL DE CAMPO

Utilice únicamente el material de vidrio aprobado en el control de calidad, para el lavado de material de vidrio se debe seguir el Instructivo para el lavado de material.

## 8.4. EJECUCIÓN DE LA TÉCNICA


### 8.4.1. ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO

Prenda la bureta digital la cual debe tener la botella con solución de EDTA 0.01 M, realice varias recirculaciones y verifique que el embolo quede sin burbujas. Entre muestras borre la lectura con la tecla Clear y llene el embolo con la tecla Fill. Como se indica en la Guía de Manejo M-S-LC-G005 Bureta digital Metrohm 775 Dosimat.

### 8.4.2. LECTURA DE LA MUESTRA

Las muestras de aguas contaminadas y aguas residuales, se les realiza un pretratamiento con el uso de ácido



 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 9 de 14

nítrico-ácido sulfúrico o ácido nítrico-digestión con ácido perclórico.

Debido al alto pH utilizado en este procedimiento, las muestras se deben valorar inmediatamente después de agregar la soda e indicador.

- Titulación de la muestra:
  - Seleccionar un volumen de muestra que requiera menos de 15mL y más de 2 mL de reactivo EDTA, realice la titulación en cinco minutos.
  - Tomar hasta 50 mL de alícuota o una porción menor diluida hasta 50 mL en un Erlenmeyer o cápsula de porcelana.
  - Se debe tener en cuenta el contenido aproximado de Ca y alcalinidad: Contenido de Ca entre 5 a 10 mg, tomar volúmenes menores de 50 mL.  
Aguas duras con alcalinidad superior a 300 mg de  $\text{CaCO}_3/\text{L}$  tomar una menor porción y diluir a 50 ml. Alternativamente, ajustar el pH de la muestra a pH 6, hierva durante 1 minuto para disipar el  $\text{CO}_2$ , y enfriar antes de comenzar la titulación.
- Adicionar 2 mL de solución de NaOH 1N o un volumen suficiente para producir un pH de 12 a 13. Agitar.
- Agregar 0.1 a 0.2 g de mezcla de indicador Murexida. Se presenta un color rosa pálido.
- Agregar EDTA titrante lentamente, con agitación continua hasta el punto final apropiado, el color del punto final es un violeta claro.
- Cuando se usa Murexida, verificar el punto final agregando de 1 a 2 gotas de valorante en exceso para asegurarse de que no se produzca más cambio de color.
- Se recomienda utilizar luz natural o una lámpara fluorescente de luz día.
- Registrar el volumen gastado para la titulación que aparece en el display de la bureta digital en el formato de captura de datos de volumetría M-S-LC F012, diligenciar todos los datos para cada muestra. Registrar el resultado con tres cifras significativas.
- El magnesio se puede estimar como la diferencia entre la dureza Total y Dureza de calcio como  $\text{CaCO}_3$ .

## 8.5 FORMATOS

- M-S-LC-F012 FORMATO CAPTURA DE DATOS
- M-S-LC-F007 FORMATO CONTROL DIARIO DEL MANEJO DE EQUIPOS.
- M-S-LC-F055 CARTA CONTROL DE EXACTITUD
- M-S-LC-F056 CARTA CONTROL DE PRECISIÓN – DUPLICADOS

## 8.6 CÁLCULOS Y RESULTADOS

- Para la valoración del EDTA:

$$[M_{EDTA}] = \frac{V_{CaCO_3} \times M_{CaCO_3}}{V_{EDTA}}$$

Donde:

MEDTA= Molaridad de EDTA, mol/L.

VEDTA = Volumen de titulante (EDTA), mL.

M<sub>CaCO<sub>3</sub></sub>= Molaridad del CaCO<sub>3</sub>, (0.01 mol/L).

V<sub>CaCO<sub>3</sub></sub> = Alícuota de CaCO<sub>3</sub> usado, (5 mL).

- Para calcular la Dureza Total:

$$[\text{Dureza(EDTA) mg CaCO}_3/\text{L}] = \frac{A \times B \times 1000}{\text{mL MUESTRA}}$$

A= mL de titulante por muestras

B= mg CaCO<sub>3</sub> equivalentes a 1,00 mL de EDTA titulante .

- Para la valoración de concentración de Calcio:

$$[\text{mg Ca/L}] = \frac{A \times B \times 400.8}{\text{mL MUESTRA}}$$

A= mL de titulante por muestras


B= mg CaCO<sub>3</sub> equivalentes a 1,00 mL de EDTA titulado en el punto final del indicador de calcio.

- Para la valoración de Dureza de Calcio:

$$[\text{Dureza de Ca, mg CaCO}_3/\text{L}] = \frac{A \times B \times 1000}{\text{mL MUESTRA}}$$

A= mL de titulante por muestras

B= mg CaCO<sub>3</sub> equivalentes a 1,00 mL de EDTA titulado en el punto final del indicador de calcio.

 <p>IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</p>	<b>INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B</b>	Código: M-S-LC-I030
		Versión : 04
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 11 de 14

- Para calcular concentración de Magnesio:

$$[\text{mg Mg/L}] = [\text{Dureza Total (mg CaCO}_3\text{/L)} - \text{Dureza Ca, CaCO}_3] / L * 0.243$$

- Para calcular Dureza de Magnesio:

$$\text{Dureza de Mg, mg CaCO}_3\text{/L} = \text{Dureza total, mg CaCO}_3\text{/L} - \text{Dureza de Ca, mg CaCO}_3\text{/L}$$

## 9. DIAGRAMA

Ver Anexo 1.

## 10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 23<sup>Rd</sup>. Edition. American Public Health Association. Washington, DC. 2017. SM 3500-Ca, 3500-Mg A EDTA METODO TITRIMETRICO.

## 11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI.
02	22/03/2019	Actualización del método con la versión 23 del Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Actualización de datos de confirmación del método (Anyela Monsalve)
03	22/03/2019	Actualización de definiciones (3) e inclusión de formatos en el numeral 8,5, complemento del ítem 6.1 Condiciones ambientales, cambio de aprobó de subdirector de Hidrología por coordinador del Laboratorio. Daniel Ignacio Mendoza Velásquez.
04	21/10/2020	Nueva versión producto de la actualización de la documentación del Sistema Integrado de Gestión.



**INSTRUCTIVO DE ENSAYO. DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Ca B, 3500-Mg B**

Código: M-S-LC-I030  
Versión : 04  
Fecha: 21/10/2020  
Página: 12 de 14

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
<b>AnyelaLizeth Monsalve Marín</b> Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	<b>Carlos Martín Velásquez Ramírez</b> Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	<b>Jonnathan Danilo Uasapud García.</b> Coordinador Grupo de Laboratorio de Calidad Ambiental

**ANEXO 1.**

**DETERMINACIÓN DE Ca y Mg EN AGUA. 3500-Ca B EDTA METODO TITRIMETRICO, 3500-Mg A.**



