1. OBJETIVO

Establecer la metodología para la determinación de dureza total en agua, por el método tritrimétrico SM 2340 C.

2. ALCANCE

Este método es aplicable a agua potable, agua superficial y agua residual doméstica e industrial. Esta técnica se aplica en el Laboratorio de Calidad Ambiental para el recurso hídrico superficial; los rangos de aplicación son: 1.0 a 6000 mg $CaCO_3$/L.

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

TABLA 1. DATOS VALIDACIÓN DETERMINACIÓN DE DUREZA

ATRIBUTOS	VALOR	UNIDADES	OBSERVACION
LIMITE DE DETECCION	1.0	mg$CaCO_3$/L	Corresponde a límite de cuantificación
PRECISION EN TÉRMINOS DE %CV	0.51	%	Std. 5.07 mg$CaCO_3$/L
	0.29	%	Std. 202.8 mg$CaCO_3$/L
EXACTITUD EXPRESADO COMO % DE ERROR RELATIVO	-0.09	%	Std. 5.07 mg$CaCO_3$/L
	-0.22	%	Std. 202.8 mg$CaCO_3$/L
	-0.99	%	Muestra certificada 27.6 mg$CaCO_3$/L
RANGO DE TRABAJO (Lectura Directa)	1.0 - 600	mg $CaCO_3$/L	Sin dilución de la muestra
INTERVALO DE APLICACIÓN DEL METODO	601 - 6000	mg $CaCO_3$/L	Para una dilución de 10 veces
RECUPERACION EXPRESADO COMO %	119.2	%	Adición de 2 mg $CaCO_3$/L
	94.4	%	Adición de 40 mg $CaCO_3$/L

3. DEFINICIONES

- **SM:** Estándar método.
- **IDL:** Nivel de detección del instrumento
- **MDL:** Nivel de detección del método.
- **MQL:** Nivel mínimo cuantificable
- **QCS:** Muestra externa de concentración desconocida. (interlaboratorios)

- **Blanco de reactivos (MB):** Agua Tipo II 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 (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).
- **Duplicados:** cuando corresponda, aleatoriamente seleccionar muestras de rutina para ser analizadas dos veces. Preparar independientemente y analizar muestras duplicadas. Incluir al menos un duplicado para cada tipo de matriz diaria o con cada lote de 20 o menos muestras. Tener en cuenta los límites de control para los duplicados según el documento lineamientos de control de calidad analítica
- **LFM:** Matriz fortificada. Es una porción adicional de una muestra a la que se añade una cantidad conocida del analito de interés. Se utiliza para evaluar la recuperación del analito en una matriz de la muestra. (DEFINIR EN COMITÉ DE CALIDAD).
- **LSA:** Límite superior de alarma.
- **LSC:** Límite superior de control.
- **LIA:** Límite inferior de alarma.
- **LIC:** Límite inferior de control.
- **s:** Desviación estándar.
- **EPP:** Elementos de Protección Personal
- **CV %:** Coeficiente de variación o desviación estándar relativa, expresada en porcentaje.

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio y las hojas de Seguridad que reposan en el mueble ubicadas a la entrada; en el área de recepción de muestras.

.

Utilizar los implementos de seguridad de acuerdo con lo señalado en el instructivo. 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

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.

5.1. EQUIPOS

- Balanza analítica de cuatro cifras decimales.
- Electrodo pH.
- Bureta digital, con aproximación de 0.002 mL.
- Agitador magnético
- Plancha de calentamiento.

5.2. REACTIVOS

- Agua ultra pura (UP).
- Ácido nítrico, HNO_3, 1:1.
- Solución tampón: disuelva 1.179 g de sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético dihidrato (grado de reactivo analítico) y 644 mg de cloruro magnésico ($MgCl_2$ * 6 H_2O) en 50 mL de agua destilada. Agregar ésta solución a 16.9 g de NH_4Cl y 143 mL de NH_4OH conc. Diluya hasta 250 mL con agua destilada. Conserve esta solución en un recipiente plástico o de vidrio borosilicato, durante un período no superior a un mes. Tape herméticamente para evitar pérdidas de amoniaco (NH_3) o captura de dióxido de carbono (CO_2). Se prescindirá del tampón cuando, al añadirse 1 ó 2 mL a la muestra, éstas no puedan producir un pH de 10.0 en el punto final de la titulación.
- Inhibidor I: ajustar las muestras de ácido a pH 6 o más con tampón de NaOH 0.1N. Agregue 250 mg de cianuro de sodio (NaCN) en polvo. Agregue suficiente buffer para ajustar a pH 10.0 0.1. [PRECAUCIÓN: NaCN es extremadamente venenoso. Tome precauciones adicionales en su uso. Deseche las soluciones que contienen este inhibidor en de acuerdo con todas las regulaciones gubernamentales aplicables revisar el Manual de Higiene, Salud Ocupacional y Seguridad en el Laboratorio, y las hojas de Seguridad. Ubicadas a la entrada tomando precauciones especiales para evitar su contacto con ácidos, que pueden liberar cianuro de hidrógeno venenoso volátil.)
- Inhibidor II: disolver 5,0 g de sulfuro de sodio nonahidrato (Na_2S $9H_2O$) o 3.7 g de Na_2S5H_2O en 100 mL de agua destilada. Excluya el aire con un tapón de goma bien ajustado. Este inhibidor se deteriora por la oxidación del aire. Produce un precipitado de sulfuro, eso oscurece el punto final cuando las concentraciones de metales pesados son apreciables. Use 1 mL en la valoración de la muestra.
- Indicador Negro de Eriocromo T (NET): sal sódica del ácido 1-(1- hidroxi-2-naftilazo)-Acido 5-nitro-2-naftol-4-sulfónico, n.º 203 en el índice del color. Disuelva 0.5 g del colorante en 100 mL de 2, 2,2-nitrilotrietanol (también llamado trietanolamina) o 2-metoximetanol (también llamado etilenglicol). Agregue 2 gotas por cada 50 mL de solución para valorar.

Las soluciones alcalinas de negro de Eriocromo T son sensibles a los oxidantes, y sus soluciones acuosas o auçflcohólicas son inestables. (Los indicadores pueden utilizarse en forma de polvo seco siempre que se tenga cuidado en evitar su exceso. Existen en el mercado mezclas secas de esos indicadores y una sal inerte. Si el cambio de color de punto final de esos indicadores no es neto y diferenciado por lo general, eso significa que se requiere un complejante apropiado.)

- Titulante EDTA 0,01 M: pese 3,723 g de etilendiaminotetracetato disódico dihidrato, 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: pesa 1.000 g de $CaCO_3$ 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 CaCO3se disuelva. Agregar 200 mL de agua destilada, hervir durante unos minutos para expulsar CO2. Enfriar, agregar unas gotas de indicador rojo de metilo y ajustar al color naranja intermedio añadiendo NH_4OH_3N o 1:1 HCl, según sea necesario. Transfiera cuantitativamente y diluya a 1000 mL con agua destilada. 1 mL= 1,00 mg de $CaCO_3$.

5.3. MATERIALES

- Micro-espátula metálica.
- Erlemeyer de 125 mL
- Balones aforados de 1L Clase A.
- Balones aforados de 100 mL, 200 mL. Clase A o Clase B.
- Pipetas graduadas de 1mL, Clase B.
- Pipetas aforadas de 5 mL, 10 mL, 25 mL.
- Probetas de 50 mL, 100 mL.
- Barra recubierta de TFE y agitadores magnéticos.
- Pipeta pasteur.
- Papel indicador

5.3.1. PREPARACIÓN ESTÁNDARES DE CONTROL

Los estándares de control se preparan a partir de la solución de calcio estándar (concentración 1000 mg $CaCO_3$/L). Como se muestra en la Tabla 2. Preparación De Estándares De Control.

TABLA 2. PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES DE CONTROL

CONCENTRACIÓN ESTANDAR (mg $CaCO_3$/L)	Vol. ALICUOTA Sln PARTIDA (mL)	CONCENTRACION Sln DE PARTIDA (mg $CaCO_3$/L)	VOLUMEN FINAL (mL)
50	5.0	1000	200
500	25	1000	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

Cuando el punto final no es claro, tome una alícuota menor o realice una titulación preliminar y establezca el volumen aproximado, sobre otra alícuota adicione a la muestra un 90 % del volumen determinado antes de adicionar el tampón y el indicador, continuar con la adición del titulante hasta el punto final.

Algunos iones metálicos interfieren produciendo puntos finales débiles o indiferenciados, o provocando un consumo estequiométrico de EDTA. Reduzca esta interferencia añadiendo algunos inhibidores antes de la titulación.
Cuando existen concentraciones muy altas de metales pesados, el calcio y magnesio se determinan por un método diferente y la dureza se obtiene mediante cálculo.
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_3 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.

En la Tabla 3. Concentración Máxima De Interferencias Permisibles Con Varios Inhibidores. Se muestran las diferentes sustancias que causan interferencias y como se pueden manejar.

TABLA 3. CONCENTRACIONES MÁXIMAS DE INTERFERENCIAS PERMISIBLE CON VARIOS INHIBIDORES *

SUSTANCIAS QUE CAUSAN INTERFERENCIA	Max. Interferencia Concentración mg / L	
	INHIBIDOR I	INHIBIDOR II
ALUMINIO	20	20
BARIO	+	+
CADMINO	+	20
COBALTO	ENCIMA 20	0,3
COBRE	ENCIMA 20	30
HIERRO	ENCIMA 30	5
MAGNECIO (Mn +2)	+	1
NIQUEL	ENCIMA 20	0,3
ESTRONCIO	+	+
ZINC	+	200
POLIFOSFATO		10

* Basado en una muestra de 25 mL diluida a 50 mL.
† Titula como dureza.

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.
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.
La descomposición del indicador llega a constituir un problema cuando se emplea agua caliente.
El pH de la determinación puede producir un ambiente propicio a la precipitación del $CaCO_3$; aunque el titulante disuelve lentamente estos precipitados, un punto final desviado suele proporcionar resultados pobres. La realización de la titulación en un tiempo de cinco minutos, reduce al mínimo la tendencia a precipitar del $CaCO_3$.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

La bureta digital se enciende y el sistema se debe purgar con el mismo titulante, dos a tres veces se hasta verificar que en el sistema no se presenten burbujas que puedan alterar el resultado por valores falsos del titulante.
Para los controles analíticos es importante tener en cuenta:

- Se deben medir con cada lote de 20 o menos muestras.
- Utilizar el material de vidrio al cual se le ha realizo el control de calidad.
- Leer los estándares de control establecidos para el método (50 y 500 mg **mg** $CaCO_3$/L). Verifique los estándares de control, 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.
- Efectuar el análisis dentro del tiempo estipulado, asegurando la confiabilidad del resultado.
- Se deben tener en cuenta los siguientes aspectos a la hora de reportar los resultados:
- Se debe medir un blanco. Si el blanco de reactivo es mayor al nivel mínimo cuantificable (MQL), los resultados se deben manejar con respecto al blanco:
  Si el blanco de reactivo es menor que el nivel de detección del método (MDL) y los resultados de las muestras son mayores que el nivel mínimo cuantificable (MQL), no se debe tomar ningún correctivo.
  Si el blanco de reactivo es mayor que el nivel de detección del método (MDL), pero menor que el nivel mínimo cuantificable (MQL), y los resultados de las muestras son mayores que el nivel mínimo cuantificable (MQL), los resultados deben ser revisados e indicar que el analito se detectó en el blanco de reactivo.
  Si el blanco de reactivo es mayor que el nivel mínimo cuantificable (MQL), se requiere acciones correctivas, como volver a analizar el lote de la muestra.
- Se debe medir un blanco fortificado (LFB) por cada lote de 20 o menos muestras.
- Se debe medir una matriz fortificada (LFM) por cada lote de 20 o menos muestras.
- Verifique los estándares de control, 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.
- Es necesario leer un duplicado de matriz.
- Dos veces al año leer muestras externas de concentración desconocida.
- 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.
- Las concentraciones de la matriz fortificado a se establecen en el instructivo de calidad analítica.
- Calcular el porcentaje de recuperación y diferencia porcentual relativa ya determinados para cada concentración. Asegúrese que los criterios de desempeño del método sean satisfactorios.

8. DESARROLLO

8.1. PRINCIPIO DEL MÉTODO

Anteriormente, la dureza del agua se interpretaba como una medida de la capacidad del agua para precipitar el jabón. El jabón se precipitó principalmente por los iones de calcio y magnesio presentes. Otros cationes

polivalentes también pueden precipitar el jabón, pero a menudo se encuentran en formas complejas, frecuentemente con constituyentes orgánicos, y su aporte en la dureza del agua puede ser mínimo y difícil de definir. En la práctica actual, la dureza total se define como suma de las concentraciones de calcio y magnesio, ambas expresadas como carbonato de calcio, en miligramos por litro. Cuando la dureza es numéricamente mayor que la suma de carbonatos y bicarbonatos, esa cantidad de dureza equivalente a la alcalinidad total se llama "dureza de carbonato"; la cantidad de dureza en exceso de esto se llama " dureza no carbonatada". "Cuando la dureza es numéricamente igual o menor que la suma de la alcalinidad, toda la dureza es dureza de carbonato y la dureza no carbonatada está ausente. La dureza puede variar de cero a cientos de miligramos por litro, dependiendo de la fuente y el tratamiento al que el agua ha sido sometido. * 1.
El ácido etilendiaminotetraacético y su sodio sales (EDTA), forman un complejo soluble quelado cuando es agregado a una solución de ciertos cationes metálicos. Si una pequeña cantidad de un tinte como Negro de Eriochrome T, se agrega a un solución acuosa que contiene iones de calcio y magnesio a pH de 10.0 ± 0.1, la solución se vuelve color rojo vino. Si EDTA es agregado como valorante, el calcio y el magnesio se complejarán, y cuando todo el magnesio y el calcio ha sido complejado la solución cambia de color rojo vino a azul, marcando el punto final de la titulación. El ion magnesio debe estar presente para producir un punto final satisfactorio. Para asegurar esto, una pequeña cantidad de sal de magnesio y una cantidad de EDTA se agrega al buffer; esto automáticamente introduce suficiente magnesio y obvia la necesidad de una corrección en blanco. La nitidez del punto final aumenta al aumentar el pH. Sin embargo, el pH no se puede aumentar indefinidamente debido al peligro de precipitar carbonato de calcio ($CaCO_3$) o hidróxido de magnesio ($Mg(OH)_2$), y porque el tinte cambia de color en altos valores de pH. El pH especificado de 10.0 ± 0.1 es satisfactorio. Se establece un límite de 5 minutos para la duración de la titulación y así minimizar la tendencia a la precipitación de $CaCO_3$.

8.2. TOMA Y PRESERVACIÓN DE MUESTRAS

Para la determinación de dureza las muestras deben guardarse en recipientes de plástico (polietileno o equivalentes) ó de vidrio, debidamente lavados y enjuagados con HNO_3 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_3 o H_2SO_4 hasta un pH<2. Está preservación debe realizarse en el momento de la toma de muestra. Para muestras compuestas, cada alícuota debe preservarse en el momento de su recolección.

En el caso de muestreos compuestos cuando el uso de un muestreador automático haga imposible la preservación de cada alícuota, las muestras deben mantenerse a 4º C hasta que se complete la composición. 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 el instructivo de equipo de la bureta digital.

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

- Titulación de la muestra: Seleccione un volumen de muestra que requiera menos de 15 mL y más de 2 mL de reactivo EDTA, realice la titulación en cinco minutos, medidos a partir del momento de la adición del tampón. Mida una alícuota conveniente de muestra de acuerdo con el contenido aproximado de dureza, así:
- 100 o 200 mL para muestras con contenidos menores a 5 mg/L.
- 50 mL para muestras con contenidos entre 5 y 10 mg/L.
- 25 mL para muestras con contenidos entre 10 y 500 mg/L, diluya hasta alrededor de 50 mL con agua UP en un erlenmeyer.
- 10 o 5 mL para muestras con contenidos superiores a 500 mg/L, diluya hasta alrededor de 50 mL con agua UP en un erlenmeyer.
- Adicione entre uno y dos mililitros de solución tampón. Por lo general, 1mL será suficiente para dar un pH de 10.0 ± 0.1. Se debe verificar el pH con pH metro La ausencia de un cambio de color de punto final neto en la titulación suele significar la necesidad de añadir un inhibidor en este punto, (ver numeral 6 para limitaciones e interferencias) o que el indicador se ha deteriorado
- Adicione una gota de solución indicadora NET o una cantidad adecuada del reactivo en polvo seco (0.1 a 0.2 g). La solución se vuelve color rojo vino Poco a poco, adicione titulante EDTA estándar, agitando continuamente, hasta que desaparezcan los últimos matices rojizos. Adicione las últimas gotas con intervalos de 3 - 5 segundos. En el punto final, la solución suele ser azul.
- Se recomienda utilizar luz natural o una lámpara fluorescente de luz día, ya que las lámparas de incandescencia tienden a producir un matiz rojizo en el azul de punto final.
- Cuando tome un volumen igual o mayor a 100 adicione cantidades proporcionales de tampón, inhibidor e indicador. Adicione lentamente titulante EDTA por medio de la bureta y realice un blanco, utilizando agua UP del mismo volumen que la muestra, a la que se le adicionan idénticas cantidades de tampón, inhibidor e indicador.
- Registre el volumen gastado para la titulación que aparece en el display de la bureta digital en el formato de volumetría, diligenciar todos los datos para cada muestra. Registre el resultado con tres cifras significativas.

7.5. FORMATOS

- Formato para la captura de datos de volumetría
- Formato de control diario de manejo del equipo.
- Formato carta control

7.6. CÁLCULOS Y RESULTADOS

- **Para la valoración del EDTA:**

$$[M_{EDTA}] = \frac{V_{CaCO3} \text{ x } M_{CaCO3}}{V_{EDTA}}$$

Donde:

MEDTA = Molaridad de EDTA, mol/L.
VEDTA = Volumen de titulante (EDTA), mL.
$MCaCO_3$ = Molaridad del $CaCO_3$, (0.01 mol/L).
$VCaCO_3$ = Alícuota de $CaCO_3$ usado, (5 mL).

- **Para calcular la Dureza Total:**

$$[\text{Dureza (EDTA) mg CaCO3/L}] = \frac{\text{A X BX1000}}{\text{mL MUESTRA}}$$

A= mL de titulante por muestras
B= mg $CaCO_3$ equivalentes a 1.00 mL de EDTA titulante.

- En la mayor parte de las aguas se considera que la dureza total es aproximadamente igual a la dureza producida por los iones calcio y magnesio, es decir:

$$[\text{Dureza total}], \text{mg CaCO3/L} = \text{Dureza por Ca} + \text{Dureza por Mg}$$

- Dureza carbonácea. En aguas naturales, los bicarbonatos son la principal forma de alcalinidad; por tanto, la parte de la dureza total es químicamente equivalente a los bicarbonatos presentes en el agua. Esta es considerada como la dureza carbonácea, es decir:

$$\text{Alcalinidad (mg/L)} = \text{Dureza de Carbonaea (mg/L)}$$

- Pueden presentarse dos casos relacionados con la Alcalinidad:

- Cuando la Alcalinidad es menor que la Dureza Total:

$$\text{Dureza de Carbonacea (mg/L)} = \text{Alcalinidad (mg/L)}$$

- Cuando la Alcalinidad es mayor o igual a la Dureza Total:

$$\text{Dureza de Carbonacea} = \text{Dureza Total}, (\text{mg } CaCO_3)$$

- La Dureza Carbonacea, se define también como "Dureza Temporal" o "no permanente" porque desaparece cuando se hierve el agua.

- La Dureza no cabonacea se define como, toda Dureza que no está químicamente relacionada con los bicarbonatos, es decir:

$$\text{Dureza No Carbonacea} = \text{Dureza Total}, (\text{mg } CaCO_3) - Alcalinidad (mg/L)$$

La Dureza no Carbonacea incluye principalmente Sulfatos, Cloruros y nitratos de calcio y magnesio.

9. DIAGRAMA

Ver Anexo 1.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22th edition. American Public Health Association. Washington, DC. 2012. SM 2340 C Edta Metodo Titrimetrico.
- RODIER, J. Análisis de Aguas: aguas naturales, aguas residuales, agua de mar. Barcelona: Omega, 1981.
- AYRES, Gilbert. Análisis químico cuantitativo. 2 ed. México: Harla, 1970.
- ROJAS,J.A. Calidad del agua. Bogotá: Escuela de Ingeniería, 2002.

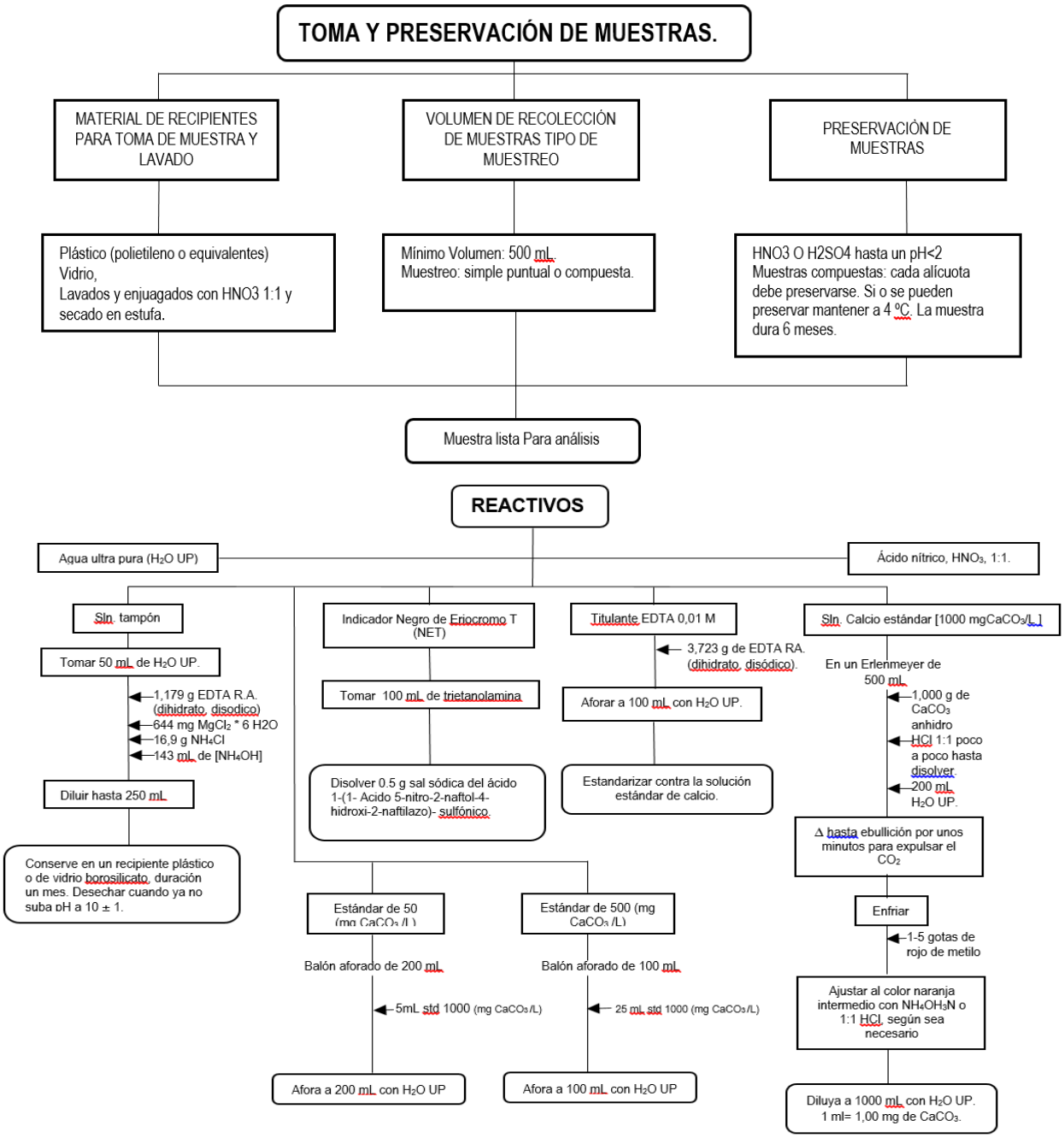
11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	14/12/2017	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI

ELABORÓ:	REVISÓ:	APROBÓ:
Anyela Lizeth Monsalve Marín Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Carlos Martín Velásquez Ramírez** Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	**Nelson Omar Vargas Martínez** Subdirector de Hidrología

ANEXO 1. Diagrama

DETERMINACIÓN DE DUREZA SM 2340 C EDTA METODO TITRIMETRICO



LECTURA DE LA MUESTRA

En un Erlenmeyer de 125 mL

1*
ESTANDARIZACIÓN DE SLN EDTA 0,01 M

Toman 10 mL Sln de Calcio estándar [1000 mg$CaCO_3$/L] , diluya hasta 50 mL (realice 3 veces)

2
CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA

Tome el volumen requerido para cada uno de los controles requeridos. Estos de deben medir cada lote de 20 muestras o menos:
Std 50 mg$CaCO_3$/L= 50 mL
Std 500 mg$CaCO_3$/L= 25 mL
BKO = 50 mL Si el BKO > MQL hacer corrección o repetir.
Blanco fortificado (LFB) = según concentración
Matriz fortificada (LFM) = según concentración
Duplicado de matriz. (Mismo Vol. Muestra según concentración)
Muestras externas de concentración desconocida. 2 veces al año

3
MUESTRAS

Seleccione el volumen de muestra que se requiera para consumir < a 15 mL de reactivo EDTA.
Titule antes de 5 min después de de pH 10 ± 1.
Alícuota:
100 o 200 mL para concentración < a 5 mg/L.
50 mL para concentraciones de 5 a 10 mg/L.
25 mL concentraciones de 10 a 500 mg/L, diluya hasta 50 mL.
10 o 5 mL para concentraciones > a 500 mg/L, diluya hasta 50 mL.
Vol. > 100 adicione cantidades proporcionales de tampón e inhibidor al blanco.

← 1 o 2 mL de Sln tampón hasta pH 10 ± 1.
← 1 gota Sln. Indicadora NET o reactivo en polvo (0,1 a 0,2 g). Poco a poco

Titule con Titulante EDTA 0,01 M. hasta que el color rojo vino cambie a color azul.

Registre el volumen gastado para la titulación que aparece en el display de la bureta digital en el formato de volumetría.

Realice los cálculos (1*) según la fórmula:

$$[M_{EDTA}] = \frac{V_{CaCO3} \times M_{CaCO3}}{V_{EDTA}}$$

MEDTA = Molaridad de EDTA, mol/L.
VEDTA = Volumen de titulante (EDTA), mL.
M$CaCO_3$ = Molaridad del $CaCO_3$, (0.01 mol/L).
V$CaCO_3$ = Alícuota de $CaCO_3$ usado, (5 mL).

Reportar en el formato de volumetría

Realice los cálculos según la fórmula:

$$\left[\text{Dureza (EDTA) mg CaCO3/L}\right] = \frac{A \times B \times 1000}{\text{mL MUESTRA}}$$

A= mL de titulante por muestras
B= mg $CaCO_3$ equivalentes a 1.00 mL de EDTA titulante (MEDTA).

Reportar en el formato de volumetría