

PRÁCTICA 3

DETERMINACIÓN DE LA DUREZA DEL AGUA POR VALORACIÓN CON EDTA

INTRODUCCIÓN

El contenido salino de las aguas potables es debido principalmente a las sales de calcio y magnesio y, por esta razón, las normativas legales especifican métodos oficiales para la determinación de las concentraciones de Ca(II) , Mg(II) y de la suma de ambos (dureza del agua). Ambos iones se determinan mediante dos volumetrías de formación de complejos utilizando la sal disódica del ácido etilendiaminotetraacético ($\text{Na}_2\text{-EDTA}$) como agente complejante y un indicador metalocrómico para detectar el punto final.

En medio alcalino, el EDTA forma complejos estables con ambos iones pero la constante de formación del complejo de Ca(II) es mayor que la del Mg(II) . Los indicadores metalocrómicos a utilizar son la murexida para el calcio y el negro de eriocromo T (NET) para el magnesio.

A pH entre 12 y 13, la murexida forma con el ion Ca(II) un complejo de color rosado, menos estable que el complejo Ca-EDTA , por lo que al añadir EDTA, en primer lugar se compleja el ion libre y después lo hace el calcio del complejo Ca-murexida y, cuando todo el calcio ha reaccionado, se produce el cambio de color de la disolución al color del indicador libre (violeta azulado en medio alcalino).

Si a otra muestra de agua, llevada a pH 10, se añade NET, aparece un color rojo vinoso del complejo del Mg(II) con el indicador, el cual es menos estable que el complejo del mismo ion con el EDTA por lo que, al añadir el valorante, en primer lugar se compleja el Ca(II) , a continuación el Mg(II) libre y, por último, se produce el desplazamiento del Mg del complejo con el indicador y la disolución cambia a un color azul celeste.

La diferencia entre los volúmenes de valorante gastados en ambas volumetrías permite determinar la concentración de Mg(II) .

La normativa legal vigente en España exige expresar las concentraciones de calcio y magnesio en miligramos de cada ion contenidos por litro de agua (ppm) y la dureza del agua como la suma de las dos concentraciones anteriores expresadas en mg de CaCO_3 contenidos en un litro de agua. La mayoría de los suministros de agua

potable tienen un promedio de 250 mg/L de dureza. Niveles superiores a 500 mg/L son indeseables para uso doméstico.

OBJETIVOS

- Comprobar la aplicación de una técnica volumétrica clásica sencilla para el control de calidad de muestras de agua.
- Evaluar el empleo del EDTA como reactivo valorante y la determinación del punto final visual con indicadores metalocrómicos.
- Determinar la dureza del agua como contenido de calcio y magnesio y la dureza total por valoración de formación de complejos.
- Verificar que la dureza del agua analizada se encuentra por debajo de los niveles permitidos en aguas potables.

REACTIVOS

Na₂EDTA, cloruro amónico, amoníaco, sulfato de magnesio, hidróxido sódico, NET, clorhidrato de hidroxilamina, etanol, murexida y cloruro sódico.

PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

- Disolución de EDTA 0,01 M. Calcule los gramos de Na₂-EDTA, previamente desecado en una estufa a 80 °C, que ha de pesar para preparar 100 mL de disolución. Es necesario pesar esta cantidad con exactitud en la balanza analítica ya que el EDTA es un estándar primario. Diluir con agua destilada en un matraz aforado de 100 mL.
- Disolución reguladora de pH 10. Disolver 67,5 g de cloruro amónico en 570 mL de amoníaco (d=0,88 g/mL) y diluir a 950 mL con agua destilada. Añadir a esta disolución otra obtenida disolviendo 0,616 g de MgSO₄·7H₂O y 0,930 g de Na₂EDTA en 50 mL de agua destilada. Solamente se prepara una disolución por mesa de laboratorio.
- Disolución de NaOH 4 M. Disolver 16 g de NaOH en agua destilada y llevar a un volumen de 100 mL. Se utiliza el granatario para la pesada.

- Disolución de NET. Disolver 0,5 g de NET y 4,5 g de clorhidrato de hidroxilamina en 100 mL de etanol. Solamente se prepara una disolución por mesa de laboratorio.
- Murexida. Mezclar 0,20 g de murexida con 100 g de NaCl puro bien pulverizado. Solamente se prepara una mezcla por mesa de laboratorio.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA LA VALORACIÓN

- A. **Dureza total.** Se miden 10 mL de la muestra de agua (con pipeta de doble enrase) y se transfieren a un vaso de cristal. Se añade 1 mL de disolución reguladora de pH 10 y 3 gotas de la disolución de NET y se homogeneiza la mezcla con una varilla de vidrio. Se añade, gota a gota y agitando con la varilla, la disolución de EDTA hasta el cambio de color del rojo al azul. No retire la varilla sin enjuagarla. Esta valoración se hace por triplicado.
- B. **Determinación de calcio.** Se miden 10 mL de la muestra de agua (con pipeta de doble enrase) y se transfieren a un vaso de cristal. Se añade 1 mL de disolución de NaOH 4 M y unos cristales de murexida. Agitar con la varilla de vidrio hasta homogeneizar la disolución y, a continuación, ir añadiendo, gota a gota y agitando con la varilla, la disolución de EDTA hasta el cambio de color del rosado al violeta azulado. La valoración se hace por triplicado.

CÁLCULOS

1. Determinación de la concentración de EDTA

Determine la concentración de la disolución estándar primario de EDTA teniendo en cuenta la cantidad real de EDTA pesada

g EDTA	
Concentración EDTA (M)	

2. Determinación de la dureza total

Determine el volumen de la disolución estándar primario de EDTA empleada en la valoración de la suma de Ca(II) y Mg(II)

Muestra	Volumen de EDTA (mL)
1	
2	
3	
Promedio	

3. Determinación de calcio

Determine el volumen de la disolución estándar primario de EDTA empleada en la valoración de Ca(II)

Muestra	Volumen de EDTA (mL)
1	
2	
3	
Promedio	

4. Determinación de magnesio

Determine el volumen de la disolución estándar primario de EDTA empleada en la valoración de Mg(II)

Muestra	Volumen de EDTA (mL)
Promedio	

5. Determinación de las concentraciones de calcio y magnesio

Calcule las concentraciones de Ca(II) y Mg(II) del agua de la muestra expresadas en mg de ion/L y la dureza en mg CaCO₃/L.

mg Ca ²⁺ /L	
mg Mg ²⁺ /L	
Dureza, mg CaCO ₃ /L	

6. De acuerdo con los resultados obtenidos, ¿se halla el valor de dureza total encontrado dentro de los niveles permitidos para aguas potables?