Servicio Nacional de Aprendizaje SENA
Centro de Gestión Industrial
Programa de Articulación con la Media Plan de acción formación virtual

Institución Educativa: Colegio Nueva Roma IED
Instructor: Juan Carlos Cruz Ramírez
Programa de Formación: Técnico en Análisis de Muestras Químicas
Ficha:
Grado: Undécimo

PREPARACIÓN DE UNA SOLUCIÓN DE EDTA, ESTANDARIZACIÓN CON CacL2 Y DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL Y CÁLCICA EN AGUAS CON EDTA

OBJETIVO

GENERAL

Realizar preparación de una solución de EDTA, estandarización con CaCl2 y determinación de dureza total y cálcica en aguas con EDTA.

ESPECÍFICOS

Poner en práctica los conceptos de volumetría estudiados en formación
Realizar titulaciones de acuerdo a los procedimientos experimentales más relevantes empleados en las valoraciones ácido base, en un método de valoración directo.

MARCO TEÓRICO

La titulación también llamada valoración de soluciones, tiene como objetivo determinar la acidez o basicidad de una disolución mediante una reacción de neutralización. La titulación se lleva a cabo en el laboratorio agregando volúmenes muy pequeños de una solución acida o básica de concentración conocida a la solución que estamos analizando, a la que previamente se agregaron unas gotas de indicador.

Este método, es aplicable para la determinación de la durezaLa 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, en aguas naturales, domésticas, industriales y residuales. La medición de la alcalinidad, sirve para fijar los parámetros del tratamiento químico del agua, así como ayudar al control de la corrosión y la incrustación en los sistemas que utilizan agua como materia prima o en su proceso.

En la práctica se considera que la dureza es causada por iones metálicos divalentes, capaces de reaccionar con el jabón para formar precipitados y con ciertos aniones presentes en el agua para formar incrustaciones. Los principales cationes que causan dureza en el agua y los principales aniones asociados con ellos son los siguientes:

Cationes	Aniones
Ca^{++}	HCO_3^-
Mg^{++}	$SO_4^=$
Sr^{++}	Cl^-
Fe^{++}	NO_3^-
Mn^{++}	$SiO_3^=$

En menor grado, Al^{+++} y Fe^{+++} son considerados como iones causantes de dureza. En general, la dureza es igual a la concentración de cationes polivalentes del agua. Desde el punto de vista sanitario, las aguas duras son tan satisfactorias para el consumo humano como las aguas blandas; sin embargo, un agua dura requiere demasiado jabón para la formación de espuma y crea problemas de lavado; además deposita lodo e incrustaciones sobre las superficies con las cuales entra en contacto, así como en los recipientes, calderas o calentadores en los cuales se calienta. El límite para dureza en agua potable es de 160 mg $CaCO_3$/L. Para aguas de caldera de presión intermedia el límite es 1 mg/L y de presión alta, 0.07 mg $CaCO_3$/L, en aguas de enfriamiento 650 mg $CaCO_3$/L

Este método es aplicable a aguas potables, superficiales, contaminadas y aguas residuales. El ácido etilendiaminotetraacético y sus sales de sodio (EDTA) forman un complejo de quelato soluble al añadirlo a las soluciones de algunos cationes metálicos. Cuando se añade EDTA al agua que contiene calcio y magnesio, aquél se combina primero con el calcio. De acuerdo con los criterios actuales, la dureza total se define como la suma de las concentraciones de calcio y magnesio, ambos expresados como carbonato de calcio, en miligramos por litro.

MATERIAL

1 Matraz Erlenmeyer de 250 mL
2 Buretas de 25 mL
1 Pipeta aforada de 10 mL
1 Pipeta graduada de 1 mL
1 Matraz aforado de 1000 mL
1 Gotero
1 Espátula
1 Frasco lavador
1 Beaker de 50 mL (2)
1 Probeta de 100 mL
1 Micro espátula
1 Pipeteador
1 Vidrio de reloj
1 Agitador de vidrio

ELEMENTOS DE PROTECCIÓN PERSONAL

Cabina de extracción.

Fuente lava ojos.
Gafas de seguridad.
Guantes de nitrilo grueso y delgado.

EQUIPOS

Balanza analítica, con precisión de 0,0001 g.
Horno de secado con control de temperatura

REACTIVOS

Solución Buffer: disolver 1.179 g de etilendiaminotetra-acetato disódico dihidratado y 780 mg de $MgSO_4$.7H2O o 644 mg de $MgCl_2$.6H2O 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.

Indicador Negro de Eriocromo-T (NET): mezclar 0.5 g de NET con 100 mL de Etanol.

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.

Solución estándar de calcio, 1 g $CaCO_3$/L: pesar 1.000 g de CaCO3 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.

PROCEDIMIENTO PREVIO

Preparación de la solución la solución de EDTA 0,01 M:

Transferir 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.

Estandarización EDTA:

La estandarización del EDTA se hace realizando el siguiente procedimiento:

Colocar 5 ml de solución de CaCl2 en un matraz Erlenmeyer de 125 ml
Adicionar 5 gotas de solución buffer de pH 10 y 3 gotas de indicador Negro de Ericromo T (aparece un color púrpura en presencia de iones de Calcio y de Magnesio.
Titular la solución de EDTA cuya normalidad se desea conocer, hasta la aparición de un color azul

La normalidad de EDTA se calcula así:

$$N_2 = \frac{N_1 * V_1}{V_2}$$

Donde:

N_2: Normalidad de EDTA
V_1: ml de solución de $CaCl_2$
N_1: Normalidad de $CaCl_2$
V_2: ml gastados de EDTA

PROCEDIMIENTO

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.

CALCULOS

Molaridad de la solución de EDTA:

$$M = \frac{0{,}01 * 10}{V_1}$$

Donde:

V_1: volumen de solución de EDTA consumidos en la titulación, mL

Dureza total:

$$mg\ CaCO3/L = \frac{M * G_1 * 100000}{V_1}$$

Donde:

V_1: volumen de muestra tomados para la determinación, mL
G_1: volumen de solución de EDTA consumidos en la titulación de la muestra, mL
M: Molaridad de la solución de EDTA.

Reportar los resultados de la muestra juntos con los cálculos.

Donde: