

Determinación de Dureza en Agua por Complexometría

Parte 2: Fundamentos Técnicos y Procedimentales

El Lenguaje de la Complexometría



Ácido + Base de Lewis:

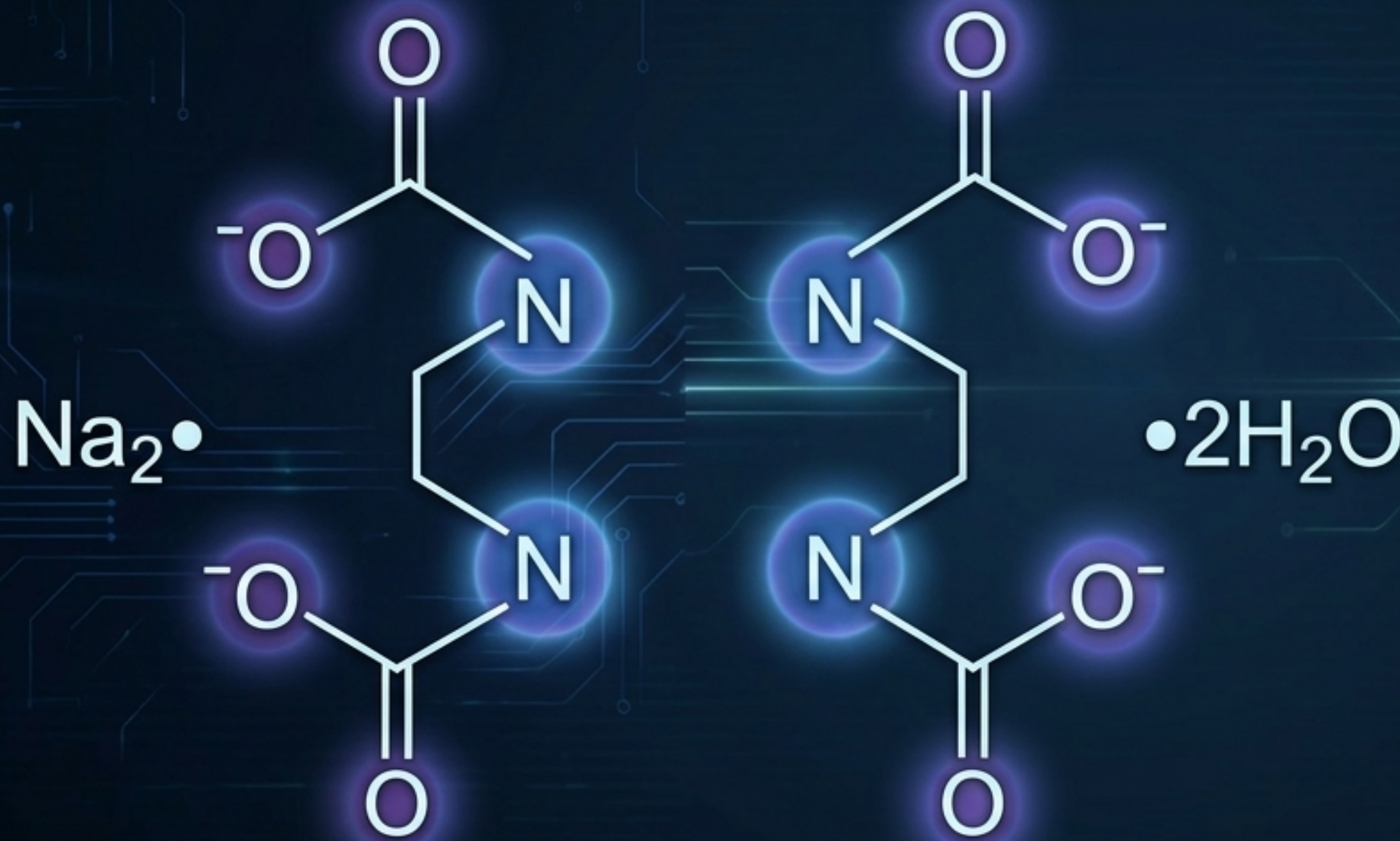


Polidentados:



Quelato:

El Protagonista Analítico: La Molécula de EDTA



Estructura Hexadentada:

Aporta 6 átomos donadores (2 nitrógenos, 4 oxígenos) para envolver al metal central.

La Especie Activa:

A $\text{pH} > 10$, predomina la forma completamente desprotonada (Y^{4-}).

La Regla de Oro Analítica

Relación Estequiométrica 1:1
Un mol de EDTA reacciona con un mol de ion metálico divalente, sin importar la carga del ion.

La Competencia Termodinámica

El fundamento de la titulación ocurre en dos pasos invisibles:

Paso 1 (Color Inicial):



Complejo M-Ind

Paso 2 (Viraje Final):



+



Complejo M-Ind

Complejo M-EDTA + Indicador libre

Insight Termodinámico: El EDTA desplaza al indicador porque forma quelatos significativamente más estables (Ej: $\log K$ del Ca-EDTA = 10,96).

Matriz de Control: Las Dos Durezas

Parámetro	Dureza Total	Dureza Cálcica
Analito Objetivo	Calcio (Ca^{2+}) + Magnesio (Mg^{2+})	Exclusivamente Calcio (Ca^{2+})
pH Requerido	pH 10,0	pH 12,0 - 13,0
Reactivo Ajustador	Solución Amortiguadora (Amonio o Borato)	NaOH al 10%
Indicador	Negro de Eriocromo T (NET)	Murexida

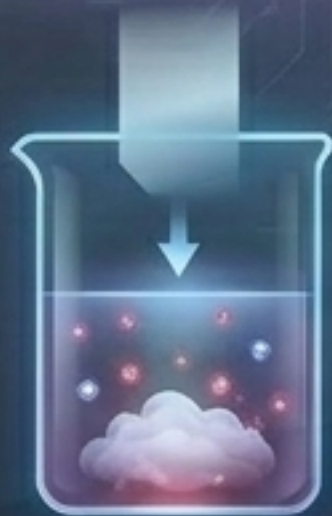
El Interruptor de Control: La Importancia Crítica del pH

Escala de pH

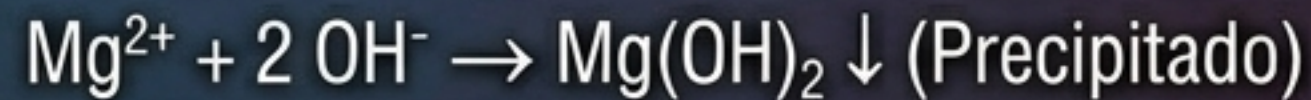


Zona pH 10 (Dureza Total):

El tampón neutraliza los iones H^+ liberados. Permite la máxima estabilidad de los complejos de Ca y Mg sin precipitarlos.



⚠ Zona pH > 11.5 (El Truco Analítico para Dureza Cálctica):



Al elevar el pH con NaOH, el Magnesio se solidifica y abandona la fase líquida ($K_{ps} = 5,61 \times 10^{-12}$). El EDTA reaccionará exclusivamente con el Calcio remanente.

Guía Visual de Viraje de Indicadores



Negro de Eriocromo T (NET):

Rojo Vino (Inicio) → Azul Persistente (Punto Final)



Murexida:

Rosa Intenso (Inicio) → Morado Violáceo (Punto Final)

Nota Técnica: Para muestras con muy bajo Magnesio, el viraje del NET puede ser difuso. El titulante de EDTA suele contener un 'relleno' de Mg-EDTA para asegurar un viraje nítido por sustitución.

Fase Cero: Estandarización del Titulante

¿Por qué? El EDTA no es un patrón primario. Se utiliza disolución patrón de alta pureza de CaCO_3 (~0,01 M).



1

Pipetear exactamente 25,00 mL del patrón de CaCO_3 en un matraz Erlenmeyer.

2



Adicionar 20 mL de solución amortiguadora de pH 10.



3

Agregar una pizca de indicador NET.

4



Titular con la disolución de EDTA preparada hasta el viraje de rojo vino a azul.



Crucial: Repetir el procedimiento por triplicado para asegurar precisión analítica.

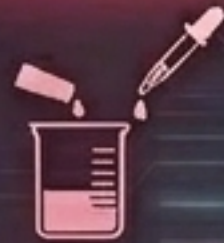
Protocolo Operativo 1: Dureza Total

(Método SM 2340 C)

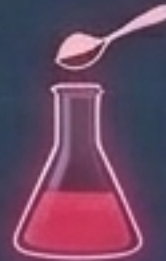
Paso 1: Medir exactamente 50,0 mL de la muestra de agua.



Paso 2: Añadir 2 mL de solución amortiguadora pH 10 (mantener alcalinidad).



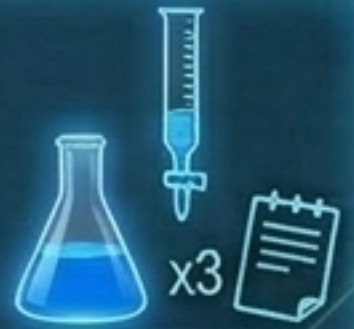
Paso 3: Añadir una pizca de indicador sólido NET. La solución se tornará rojo vino.



Paso 4: Titular lentamente con agitación constante usando EDTA 0,01 M estandarizado.



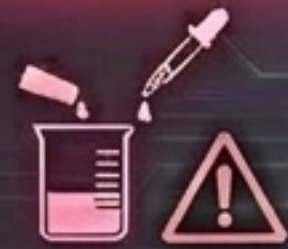
Paso 5: Registrar el volumen gastado exactamente en el punto de viraje azul persistente. (Ejecutar por triplicado).



Nota Técnica: La solución roja en el Paso 3 se vuelve azul en el Paso 5 debido a la complejación del Calcio y Magnesio por el EDTA, liberando el indicador NET.

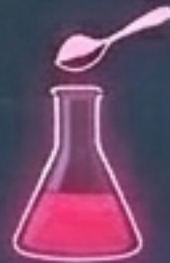
Protocolo Operativo 2: Dureza Cálctica

Paso 1: Medir exactamente 50,0 mL de una nueva alícuota de muestra.

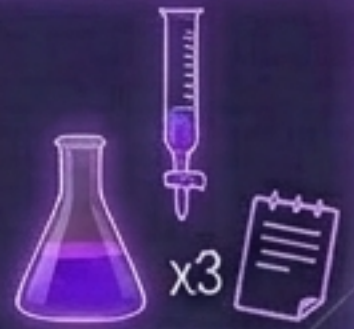


Paso 2:
Añadir 2 mL de NaOH al 10% y agitar (¡Precipita el Magnesio!).

Paso 3: Añadir una pizca de indicador Murexida. La solución se tornará rosa intenso.



Paso 4:
Titular lentamente con agitación constante usando la misma solución de EDTA 0,01 M.



Paso 5:
Registrar el volumen gastado exactamente en el punto de viraje morado violáceo. (Ejecutar por triplicado).

Síntesis Matemática: Cálculos Analíticos

V_{EDTA} :
Volumen de titulante
consumido (mL).

M:
Molaridad exacta del
EDTA obtenida en la
estandarización.

$$\text{Dureza} \left(\text{mg} \frac{\text{CaCO}_3}{\text{L}} \right) = \frac{V_{EDTA} \times M \times 100,09 \times 1000}{V_{muestra}}$$

100,09:
Masa molecular
del CaCO_3
(el factor de
equivalencia
universal).

1000:
Factor de conversión
volumétrica (mL \rightarrow L).

$V_{muestra}$:
Volumen de la
muestra de agua
analizada (mL).

Deducción Final:

Dureza Magnésica = Dureza Total – Dureza Cálcica

Aseguramiento de la Calidad: Tratamiento Estadístico

Titulación	Volumen EDTA (mL)	Dureza (mg/L)
1	8,24	1658
2	8,26	1662
3	8,22	1654

Parámetros de Validación:

Promedio (\bar{x}):

Medida central representativa.

Varianza (s^2) y Desviación Estándar (s):

Medidas de dispersión absoluta.

Coefficiente de Variación (CV %):

El parámetro crítico de precisión.

$$CV = (s / \bar{x}) \times 100$$

Criterio de Aceptación (SM 2340 C):

$CV \leq 0,94\%$ (baja concentración) y
 $CV \leq 0,65\%$ (alta concentración).

Seguridad y Gestión Integral de Residuos

Dispositivos y EPP Clave:



Uso de cabina de extracción para vapores de amoníaco y manipulación de HCl concentrado.

1	Ácidos (HCl) y Bases (NaOH/Tampón): Recipientes inorgánicos respectivos → Neutralizar antes de disposición.
2	Complejos EDTA / Metales Pesados: Recipiente específico de metales pesados. ¡Jamás al desagüe!
3	Indicadores (NET/Murexida): Recipiente genérico de residuos peligrosos (colorantes de baja toxicidad).

Síntesis: Los Cuatro Pilares del Método

Calidad y Robustez Analítica

1. Estequiometría Invariable:

El EDTA forma quelatos hiperestables en relación 1:1, permitiendo una cuantificación directa y universal.

2. Control Absoluto del pH:

El éxito del fraccionamiento analítico depende de manipular el pH (10 para Total, 12-13 para aislar el Calcio por precipitación).

3. Termodinámica Visual:

Los indicadores metalocrómicos operan como pantallas de visualización de un “tira y afloja” termodinámico con el EDTA.

4. Rigurosidad Estadística:

Un ensayo por complexometría solo es válido si la repetibilidad en los triplicados cumple la normativa ($CV \leq 0,94\%$).