



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 1 de 14	

## 1. OBJETIVO

Establecer el instructivo para la determinación de Dureza Total para muestras de agua cruda y tratada en los laboratorios de la planta de tratamiento de agua de Serviciudad ESP.

## 2. ALCANCE Y RESPONSABLES

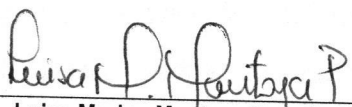
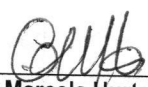
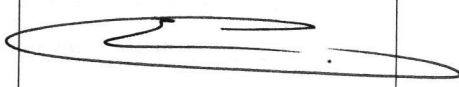
Este instructivo aplica para muestras de agua cruda y tratada en los Laboratorios de la planta de tratamiento de agua de Serviciudad ESP.

La administración y control de este documento es responsabilidad del Técnico de Control de Calidad de Agua. Los ajustes del documento que surjan en el camino serán llevados a cabo por los laboratoristas químicos de agua, bajo la revisión del profesional de la planta de tratamiento. La ejecución de los ensayos será responsabilidad de los Laboratoristas Químicos de agua

## 3. DEFINICIONES (No aplica)

## 4. GENERALIDADES

Originalmente, la dureza del agua se entendió como una medida de la capacidad del agua para precipitar el jabón. Se precipita el jabón principalmente por la presencia de iones de calcio y magnesio.

<b>ELABORADO POR:</b>  <b>Luisa Marina Montoya Posada</b> Técnico de Calidad de agua Fecha: 2024-01-20	<b>REVISADO POR:</b>  <b>Genny Marcela Hurtado Giraldo</b> Profesional Planta de Tratamiento Fecha: 2024-01-25	<b>APROBADO POR:</b>  <b>Eduardo Andrés Brand Ruíz</b> Subgerente Técnico y operativo Fecha: 2024-01-27
---	---	--



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 2 de 14	

Otros cationes polivalentes también pueden precipitar el jabón, pero a menudo se encuentran en formas complejas, frecuentemente con componentes orgánicos, y su papel en la dureza del agua puede ser mínimo y difícil de definir. En la práctica, la dureza total se define como la suma de las concentraciones de calcio y magnesio, ambas expresadas en carbonato de calcio, en mg/L.

Cuando la dureza numéricamente es mayor que la suma de la alcalinidad del carbonato y bicarbonato, esa cantidad de dureza equivalente a la alcalinidad total es llamada "Dureza de los carbonatos"; la cantidad de dureza en exceso es llamada "Dureza no carbonatada". Cuando la dureza numéricamente es igual o menor que la suma de alcalinidad, toda la dureza carbonatada y la dureza no carbonatada está ausente. La dureza puede variar entre un rango de cero a cientos de miligramos por litro, dependiendo de la fuente y el tratamiento al cual se haya sometida el agua.

#### **4.1. SELECCIÓN DEL MÉTODO**

Se presentan dos métodos. El método SM 2340 B, dureza por cálculo, es aplicable para todas las aguas y produce la mayor precisión. Si se realiza un análisis mineral, se puede reportar la dureza por cálculo. El método SM 2340 C, el método de la titulación EDTA, mide los iones calcio y magnesio y puede ser aplicado con las modificaciones apropiadas a cualquier tipo de agua. El procedimiento descrito proporciona un medio de análisis rápido.

#### **4.2. TOMA, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE LAS MUESTRAS**

Recoger las muestras representativas en botellas de vidrio o plástico limpios y químicamente resistentes. La porción de muestra máxima requerida para el análisis es de 500 mL. Analice las muestras lo más rápidamente posible después de su llegada al laboratorio. Si inmediatamente su análisis no es posible, adicione  $\text{HNO}_3$  o  $\text{H}_2\text{SO}_4$  hasta  $\text{pH} < 2$  por un periodo máximo de almacenamiento para su análisis de 6 meses.



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 3 de 14	

### 4.3. PRINCIPIO DEL MÉTODO

El ácido etilendiaminotetraacético y sus sales sódicas (EDTA abreviado) forman un complejo soluble quelatado cuando se adiciona a una solución de ciertos cationes metálicos. Si se adiciona una pequeña cantidad de un colorante como Negro de Eriocromo T, o Calmagita a una solución acuosa que contiene iones de calcio y magnesio a un pH de  $10,0 \pm 0,1$ , la solución se vuelve de color rojo vino. Si se adiciona EDTA como valorante, el calcio y el magnesio se acomplejarán, y cuando todo el magnesio y el calcio se haya acomplejo, la solución cambiará de color rojo vino a azul, marcando el punto final de la titulación. El ion de magnesio debe estar presente para producir un punto final satisfactorio. Para asegurar esto, se adiciona al tampón una pequeña cantidad de sal de magnesio complejométricamente neutra de EDTA; esto introduce automáticamente suficiente magnesio y evita la necesidad de una corrección en blanco.

La nitidez del punto final aumenta con el aumento del pH. Sin embargo, el pH no puede aumentarse indefinidamente debido al peligro de precipitar carbonato de calcio,  $\text{CaCO}_3$ , o hidróxido de magnesio  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , y porque el colorante cambia de color a valores altos de pH. El pH  $10,0 \pm 0,1$  es satisfactorio. Se establece un límite de 5 min durante la titulación para minimizar la tendencia hacia la precipitación de  $\text{CaCO}_3$ .

El ácido etilendiaminotetraacético y sus sales sódicas (EDTA abreviado) forman un complejo soluble quelatado cuando se adiciona a una solución de ciertos cationes metálicos. Si se adiciona una pequeña cantidad de un colorante como Negro de Eriocromo T, o Calmagita a una solución acuosa que contiene iones de calcio y magnesio a un pH de  $10,0 \pm 0,1$ , la solución se vuelve de color rojo vino. Si se adiciona EDTA como valorante, el calcio y el magnesio se acomplejarán, y cuando todo el magnesio y el calcio se haya acomplejo, la solución cambiará de color rojo vino a azul, marcando el punto final de la titulación. El ion de magnesio debe estar presente para producir un punto final satisfactorio. Para asegurar esto, se adiciona al tampón una pequeña cantidad de sal de magnesio complejométricamente neutra de EDTA; esto introduce automáticamente suficiente magnesio y evita la necesidad de una corrección en blanco.



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 4 de 14	

La nitidez del punto final aumenta con el aumento del pH. Sin embargo, el pH no puede aumentarse indefinidamente debido al peligro de precipitar carbonato de calcio,  $\text{CaCO}_3$ , o hidróxido de magnesio  $\text{Mg(OH)}_2$ , y porque el colorante cambia de color a valores altos de pH. El pH  $10,0 \pm 0,1$  especificado es un compromiso satisfactorio. Se establece un límite de 5 min durante la titulación para minimizar la tendencia hacia la precipitación de  $\text{CaCO}_3$ .

#### 4.4. INTERFERENCIAS

Algunos iones metálicos interfieren causando desvanecimiento o puntos finales indistintos o por consumo estequiométrico de EDTA. Reduzca esta interferencia agregando ciertos inhibidores antes de la titulación. MgCDTA [Ver SM: 2340C.2b3], forma complejos selectivos con metales pesados, libera magnesio en la muestra y puede usarse como sustituto de inhibidores tóxicos o malolientes. Es útil sólo cuando el magnesio sustituido por metales pesados no contribuye significativamente a la dureza total. Con concentraciones de metales pesados o polifosfatos por debajo de las indicadas en la Tabla SM: 2340:I, use Inhibidor I o II. Cuando estén presentes concentraciones más altas de metales pesados, determine el calcio y el magnesio mediante un método sin EDTA (vea las Secciones SM: 3500-Ca y 3500-Mg) y obtenga la dureza por cálculo. Los valores en la Tabla SM: 2340: I pretenden ser una guía aproximada y se basan en el uso de una muestra de 25 mL diluida a 50 mL.

Interfering Substance	Max. Interference Concentration mg/L	
	Inhibitor I	Inhibitor II
Aluminum	20	20
Barium	†	†
Cadmium	†	20
Cobalt	over 20	0.3
Copper	over 30	20
Iron	over 30	5
Lead	†	20
Manganese ( $\text{Mn}^{2+}$ )	†	1
Nickel	over 20	0.3
Strontium	†	†
Zinc	†	200
Polyphosphate		10

<sup>SM</sup> Based on 25-mL sample diluted to 50 mL.  
† Titrates as hardness.



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 5 de 14	

La materia orgánica suspendida o coloidal también puede interferir con el punto final. Elimine esta interferencia evaporando la muestra a sequedad en un baño de vapor y calentando en una mufla a 550 °C hasta que la materia orgánica esté completamente oxidada. Disuelva el residuo en 20 mL de ácido clorhídrico (HCl) 1N, neutraliza a pH 7 con hidróxido de sodio (NaOH) 1N y complete a 50 mL con agua destilada, enfriar a temperatura ambiente y continuar según el procedimiento general.

**Precauciones de titulación:** Realizar titulaciones a temperatura ambiente normal o cerca de ella. El cambio de color se vuelve poco práctico a medida que la muestra se acerca a la temperatura de congelación. La posición de descomposición del indicador se convierte en un problema en agua caliente.

El pH especificado puede producir un entorno propicio para la precipitación de  $\text{CaCO}_3$ . Si bien el titulador vuelve a disolver lentamente tales precipitados, un punto final variable a menudo produce resultados bajos. La finalización de la titulación dentro de los 5 minutos minimiza la tendencia de precipitación del  $\text{CaCO}_3$ . Los tres métodos siguientes también reducen la pérdida por precipitación:

- 1) Diluir la muestra con agua destilada para reducir la concentración de  $\text{CaCO}_3$ . Este sencillo recurso se ha incorporado al procedimiento. Si se produce precipitación a esta dilución de 1 + 1, utilice la modificación 2) o 3). El uso de una muestra demasiado pequeña contribuye a un error sistemático debido al error de lectura de la bureta.
- 2) Si se conoce la dureza aproximada o se determina mediante una titulación preliminar, agregue 90 % o más de titulante a la muestra antes de ajustar el pH con el tampón.
- 3) Acidifique la muestra y agite durante 2 min para expulsar el  $\text{CO}_2$  antes de ajustar el pH. Determine la alcalinidad para indicar la cantidad de ácido agregado.



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 6 de 14	

#### 4.5. CONTROL DE CALIDAD

Las prácticas de control de calidad consideradas como una parte integral de cada método se resumen en los Cuadros SM: 2020: I y I, y para la determinación de dureza total aplican de la siguiente manera:

**Verificación de la Estandarización:** Estandarizar el EDTA cada vez que se prepara, luego de preparado, re estandarizar una vez al mes. Si el valor de la molaridad cambia, registrar el nuevo valor en el recipiente y actualizar el valor. Para la estandarización siga el procedimiento descrito en el presente documento. Registrar el volumen consumido en el formato STLABFO-14 "Estandarización de Soluciones".

**Verificación de la calibración (CV):** Se verifica la calibración y/o estandarización del EDTA analizando periódicamente un estándar de Carbonato de calcio de 30 mg/L y un blanco por lote de 10 muestras analizadas o por día. Verificar que los resultados no excedan el 10% de su valor real y el valor del blanco no debe superar la mitad del límite de detección del método. Se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, verificando los límites de alerta establecidos.

**Muestra de control de calidad (QCS):** Analice una muestra de control de calidad (QCS) ciega (concentración desconocida) generada de manera externa al menos una vez al año (preferiblemente semestral o trimestralmente). Obtenga esta muestra de una fuente externa al laboratorio y compare los resultados con los resultados de aceptación de ese laboratorio. Si los resultados de la prueba no pasan los criterios de aceptación, investigue por qué, tome acción correctiva, y analice un nuevo QCS. Repita este proceso hasta que los resultados cumplan con los criterios de aceptación.

Como criterio de aceptación se emplea el valor de desempeño del z-score de  $\pm 2$ , se evalúan los resultados obtenidos durante las participaciones para evaluar la tendencia de los datos.

**Blanco fortificado Laboratorio (LBF):** Se analiza periódicamente un estándar de Carbonato de calcio de 100 mg/L de un lote diferente al utilizado en la estandarización del EDTA (segunda fuente). Se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, que los resultados no excedan los límites de  $(\pm 2\delta)$  y  $(\pm 3\delta)$ .



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 7 de 14	

**Duplicados:** Se seleccionan aleatoriamente por cada lote de 20 muestras o por día, en caso de haber menos de 20, una de las muestras por cada matriz (cruda y tratada), con el fin de analizarlas dos veces (duplicado). El % RPD se calcula en la Hoja de Cálculo de resultados y se registra el valor en el formato STLABFO-16 Gráficos de control, en donde no deberá exceder de los límites de (+ 2 $\delta$ ) y (+ 3 $\delta$ ).

**Precisión y Error relativo:** Una muestra sintética que contiene 610 mg/L de dureza total como CaCO<sub>3</sub>, aportada por 108 mg de Ca/L y 82 mg Mg/L, y las siguientes sustancias suplementarias: 3,1 mg K/L; 19,9 mg Na/L; 241 mg Cl/L; 0,25 mg NO<sub>2</sub>-N/L; 1,1 mg NO<sub>3</sub>-N/L, 259 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/L y 42,5 mg de alcalinidad total/L (contribuido por NaHCO<sub>3</sub>) en agua destilada fue analizado en 56 laboratorios por el método titrimétrico EDTA con una desviación estándar relativa del 2,9% y un error relativo del 0,8%.

#### 4.6. SEGURIDAD LABORAL

Utilizar los implementos de seguridad, de acuerdo con lo señalado en el Manual de Higiene y Seguridad Laboral STMH-01 (Bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad, máscara con filtro mixto de vapores ácidos y orgánicos, guantes de caucho) de acuerdo a la actividad realizada. Se realiza recolección de residuos en recipiente plástico y se rotula para la disposición final con empresa externa.

#### 4.7. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

##### 4.7.1. EQUIPOS Y MATERIALES

Para esta metodología se puede utilizar una bureta digital o bureta de vidrio de 25 ó 50 mL; pipetas volumétricas de clase A de 50 ó 100 mL; erlenmeyer de 250 mL y barras de agitación. Agitador magnético, equipo para la medición de pH.

Para la preparación de soluciones se utiliza una balanza analítica.



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 8 de 14	

#### 4.7.2. REACTIVOS Y ESTÁNDARES

##### a) Solución Tampón:

- 1) Disolver 16,9 g de cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) en 143 mL de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ). Adicione 1.25g de sal de magnesio o EDTA (disponible comercialmente) y diluya con 250 mL de agua destilada.
- 2) Si la sal de magnesio de EDTA no está disponible, disolver 1.179 g de sal disódica de ácido etilendiaminotetraacético dihidrato (grado reactivo analítico) y 780 mg de sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) o 644 mg de cloruro de magnesio ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) en 50 mL de agua destilada. Adicionar esta solución a 16,9 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y 143 mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado mientras mezcla y diluye a 250 mL con agua destilada. Para lograr la mayor precisión, ajuste a la equivalencia exacta mediante la adición apropiada de una pequeña cantidad de EDTA o  $\text{MgSO}_4$  o  $\text{MgCl}_2$ .

Almacenar la Solución 1) ó 2) en un recipiente de plástico o vidrio borosilicato por no más de 1 mes. Tape herméticamente para evitar la pérdida de amoníaco ( $\text{NH}_3$ ) o la captación de dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ). Dispense la solución tampón por medio de una pipeta accionada por perilla. Deseche el tampón cuando 1 o 2 mL agregados a la muestra no produzcan un pH de  $10.0 \pm 0.1$  en el punto final de la titulación.

- 3) También están disponibles comercialmente "tampones inodoros" alternativos con respuesta satisfactoria. Contienen la sal de magnesio de EDTA y tienen la ventaja de ser relativamente inodoros y más estables que el tampón  $\text{NH}_4\text{Cl-NH}_4\text{OH}$ . Por lo general, no proporcionan un punto final tan bueno como  $\text{NH}_4\text{Cl-NH}_4\text{OH}$  debido a reacciones más lentas y pueden ser inadecuados cuando este método se automatiza. Preparar uno de estos tampones mezclando 55 ml de HCl con 400 ml de agua destilada y luego, lentamente y con agitación, añadiendo 300 ml de etanol de 2 aminoácidos (libre de aluminio y metales más pesados). Adicionar 5,0 g de sal de magnesio de EDTA y diluir a 1 L con agua destilada.





<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 9 de 14	

b) **Agentes complejos:** Para la mayoría de las aguas no se necesita ningún agente complejo. Ocasionalmente, el agua que contiene iones que interfieren requiere agregar un agente complejo adecuado para dar un cambio claro y nítido de color en el punto final. Los siguientes son satisfactorios:

1) **Inhibidor I:** Ajustar las muestras de ácido a pH 6 o superior con tampón o NaOH 0.1N . Adicionar 250 mg de cianuro sódico (NaCN) en forma de polvo. Agregue suficiente búfer para ajustar a pH 10.0 – 0.1. (CAUTION: NaCN es extremadamente venenoso. Tome precauciones adicionales en su uso (ver Sección SM: 1090)]. Deseche las soluciones que contengan este inhibidor de acuerdo con todas las regulaciones gubernamentales aplicables (ver Sección SM:1100C), tomando precauciones especiales para evitar su contacto con ácidos, que pueden liberar cianuro de hidrógeno venenoso y volátil.)

2) **Inhibidor II:** Disolver 5,0 g de sulfuro de sodio nonahidratado (Na S. 9H<sub>2</sub>O) o 3,7 g de Na S. 5 H<sub>2</sub>O en 100 mL de agua destilada. Excluya el aire con un tapón de goma herméticamente ajustado. Este inhibidor se deteriora a través de la oxidación del aire. Produce una precipitación de sulfuro que oscurece el punto final cuando hay concentraciones apreciables de metales pesados. Utilice 1 mL, antes de la titulación de la muestra.

3) **MgCDTA:** Sal de magnesio del ácido 1, 2-ciclohexanodiaminotetraacético. Agregue 250 mg por muestra de 100 ml y disuelva completamente antes de agregar la solución tampón. Use este agente complejante para evitar el uso de inhibidores tóxicos u olorosos cuando las sustancias interferentes están presentes en concentraciones que afectan el punto final pero que no contribuirán significativamente al valor de la dureza Las preparaciones comerciales que incorporan un tampón y un agente complejo están disponibles. Dichas mezclas deben mantener un pH de 10.0 - 0.1 durante la titulación y dar un punto final claro y agudo cuando se titula la muestra.



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 10 de 14	

c) **Indicadores:** Muchos tipos de soluciones de indicadores se han ensayado y se pueden usar si el analista demuestra que producen valores precisos. La principal dificultad con las soluciones indicadoras es el deterioro con el envejecimiento, lo que da criterios de titulación poco claros. Por ejemplo, las soluciones alcalinas de Negro de Eriocromo T son sensibles al óxido y las soluciones acuosas o alcohólicas son inestables. En general, se debe usar la menor cantidad de indicador para proporcionar un punto final nítido. Es responsabilidad del analista determinar individualmente la concentración óptima del indicador.

**1) Negro Eriocromo T:** Sal sódica del ácido 1-(1-hidroxi-2-naftol)-5-nitro-2-naftol-4-sulfónico ácido (No. 203 en el índice de color). Disolver 0,5 g de colorante en 100 g de 2,2',2"-nitrilotrietanol (llamado trietanolamina) o 2-metoximetanol (también llamado monometílico de etilenglicol). Añadir 2 gotas por cada 50 ml de solución al titular. Ajustar el volumen si es necesario.

**2) Ácido calmagita-1-(1-hidroxi-4-metil-2-fenilazo)-2-nathol-4-sulfónico:** Este es estable en solución acuosa y produce el mismo cambio de color que Negro de Eriocromo T, con un punto final definido. Disolver 0,10 g Calmagita en 100 mL de agua destilada. Usar 1 mL por cada 50 mL de solución a titular. Ajuste el volumen si es necesario.

**3)** Los indicadores 1 y 2 se pueden usar en forma de polvo seco si se tiene cuidado de evitar el exceso de indicador. Las mezclas secas preparadas de los indicadores y una sal inerte están disponibles comercialmente.

Si el cambio de color del punto final de estos indicadores no es claro, ni nítido, generalmente significa que se requiere un agente complejante apropiado. Si el inhibidor de NaCN no agudiza el punto final, es probable que el indicador tenga la culpa.

**d) Valorante EDTA estándar, 0.01 M:** Pesar 3,723 g de dihidrato de etilendiaminotetraacetato disódico de grado reactivo analítico, también llamado sal disódica del ácido (etilendinitrilo)tetraacético (EDTA), disolver en agua destilada y diluir a 1000 mL. Estandarice contra la solución estándar de calcio como se describe en el numeral 3b del estándar Métodos SM: 2340C. Registre los valores



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 11 de 14	

obtenidos en el formato STFO-063 Estandarización de Soluciones y rotule el recipiente con la nueva molaridad.

Debido a que el titulador extrae los cationes que producen dureza de los recipientes de vidrio blando, guárdelo en botellas de polietileno (preferiblemente) o de vidrio de borosilicato. Compensar el deterioro gradual mediante la renormalización periódica y el uso de un factor de corrección adecuado.

**e) Solución estándar de calcio (1000 mg Ca /L):** Pesar 1,000 g de polvo de  $\text{CaCO}_3$  anhidro (estándar primario o reactivo especial bajo en metales pesados, álcalis y magnesio) en un matraz Erlenmeyer de 500 mL. Coloque un embudo en el cuello del matraz y agregue, poco a poco, 1+1 HCl hasta que todo el  $\text{CaCO}_3$  se haya disuelto. Adicionar 200 mL de agua destilada y hervir durante unos minutos para expulsar el  $\text{CO}_2$ . Enfriar, agregar unas gotas de indicador rojo de metilo y ajustar al color naranja intermedio agregando  $\text{NH}_4\text{OH}$  3N o HCl 1+1, según se requiera. Transferir cuantitativamente y diluir a 1000 mL con agua destilada; 1 mL = 1,00 mg de  $\text{CaCO}_3$ .

**f) Estándares para Controles de Calidad:**

- **Solución Estándar de Calcio de 30 mg/L (CV):** Tomar con pipeta volumétrica 3mL de la solución estándar de 1000 mg Ca /L y llevar a un balón volumétrico de 100mL, finalmente complete con agua destilada, transfiera a un Erlenmeyer de 250 mL y analice. Registrar en el formato de gráficos de control STLABFO-16 Gráficos de control.
- **Solución Estándar de Calcio de 100 mg/L (BFL):** Tomar con pipeta volumétrica 10mL de la solución estándar de 1000 mg Ca /L y llevar a un balón volumétrico de 100mL, finalmente complete con agua destilada, transfiera a un Erlenmeyer de 250mL y analice. Registrar en el formato de gráficos de control STLABFO-16 Gráficos de control.

## 5. DESARROLLO

### 5.1. PRETRATAMIENTO DE MUESTRAS DE AGUA CONTAMINADA Y AGUAS RESIDUALES



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 12 de 14	

Utilice digestión con ácido nítrico-ácido sulfúrico o ácido nítrico-ácido perclórico (Ver Sección SM: 3030).

## 5.2. VALORACIÓN DE LA MUESTRA DUREZA ALTA

Seleccione un volumen de muestra que requiera menos de 15 mL de valorante EDTA y complete la valoración en 5 minutos, medidos desde el momento de la adición del tampón.

Diluir 25,0 mL de muestra a aproximadamente 50 mL con agua destilada en una cazuela de porcelana u otro recipiente adecuado. Agregue de 1 a 2 mL de solución tampón. Por lo general, 1 ml será suficiente para dar un pH de 10,0 a 10,1. La ausencia de un cambio brusco de color en el punto final de la titulación generalmente significa que se debe agregar un inhibidor en este punto (SM: 2340C.2b y siguientes) o que el indicador se ha deteriorado.

Agregue de 1 a 2 gotas de solución indicadora o una cantidad adecuada de fórmula indicadora de polvo seco [SM: 2340C.2c3)]. Agregue el titulador EDTA estándar lentamente, con agitación continua, hasta que desaparezca el último tinte rojizo. Agregue las últimas gotas a intervalos de 3 a 5 segundos. En el punto final, la solución normalmente es azul. Se recomienda encarecidamente la luz del día o una lámpara fluorescente de luz diurna porque las luces incandescentes ordinarias tienden a producir un tinte rojizo en el azul en el punto final.

Si hay suficiente muestra disponible y no hay interferencia, mejore la precisión aumentando el tamaño de la muestra, como se describe en la continuación.

## 5.3. VALORACIÓN DE LA MUESTRA DUREZA BAJA

Para efluentes de intercambiadores de iones u otras aguas blandas y para aguas naturales de baja dureza (menos de 5 mg/L), tome una muestra más grande, de 100 a 1000 mL, para la titulación y agregue cantidades proporcionalmente mayores de tampón, inhibidor e indicador. Agregue lentamente



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 13 de 14	

el valorante EDTA estándar de una microbureta y ejecute un blanco usando agua redestilada, destilada o desionizada del mismo volumen que la muestra, a la que se le hayan agregado cantidades idénticas de tampón, inhibidor e indicador. Reste el volumen de EDTA utilizado para el blanco del volumen de EDTA utilizado para la muestra.

#### 5.4. CÁLCULO

$$\text{Dureza (EDTA), mg CaCO}_3 = \frac{A \times B \times 1000}{\text{mL muestra}}$$

Dónde:

$A = \text{mL de titulación de la muestra}$

$B = \text{mg CaCO}_3 \text{ equivalente a } 1.00\text{mL titulante EDTA}$

**Nota:** Cuando informe la dureza, indique el método utilizado, por ejemplo, "Dureza (Ca) o Dureza (EDTA)."

El método preferido para determinar la dureza es calcularla a partir de los resultados de determinaciones separadas de calcio y magnesio.

$$\text{Dureza, mg CaCO}_3 = 2.497 [\text{Ca, mg/L}] + 4.118 [\text{Mg, mg/L}]$$

Registre el valor obtenido de la muestra en el formato de Resultados Primarios STLABFO-029 con versión vigente.

#### 6. REGISTROS

STLABFO-14 "Estandarización de Soluciones".

STLABFO-16 "Gráficos de control"

STLABFO-29 "Registro de Resultados Primarios"



<b>SERVICIUDAD E.S.P.</b>	<b>Código</b> STLABIN-14	<b>Versión</b> 01
Instructivo de Dureza Total SM:2340C	<b>Página</b> 14 de 14	

## 7. ANEXOS

### 7.1. REFERENCIAS

Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association.  
Version vigente. Washington, DC.

NTC-ISO/IEC 17025 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y  
Calibración.