

Trabajo Práctico nº 9

Volumetría de complejos: determinación de dureza de aguas

Objetivo: Determinación de dureza de aguas por complejometría.

Introducción: El EDTA es un agente complejante cuya selectividad depende de las condiciones de trabajo. En el presente TP, éstas se ajustarán para que reaccione en forma cuantitativa con los iones metálicos multivalentes más abundantes en aguas naturales, el Ca^{+2} y el Mg^{+2} . Es de destacar que estos dos iones no son los únicos que reaccionan, pero se asimila el término “dureza del agua” a la suma del calcio y del magnesio. Con diferentes condiciones y con un indicador adecuado, el Ca^{+2} puede determinarse en forma separada.

Parte experimental:

a) Preparación y normalización de una solución de EDTA:

El EDTA disponible comercialmente no es patrón primario, por lo que debemos normalizarlo contra una sustancia que sí lo sea. Una sustancia adecuada es el carbonato de calcio, el cual se obtiene con todos los requisitos de un patrón primario y es además uno de los analitos a determinar.

Para preparar el EDTA, éste se deja una hora a 80° centígrados y se deja enfriar en un desecador. Pesar al décimo de miligramo una cantidad de $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, para poder gastar 20,00 ml de EDTA con una muestra de agua de 50 ml y de una dureza aproximada de 60. Esta solución se normaliza contra sulfato de magnesio 0,05 M (preparado según los requisitos de una solución patrón) en las mismas condiciones que se tratará la muestra posteriormente.

b) Dureza del agua Ca^{+2} y Mg^{+2} :

Obtener una muestra de 50,00 ml de agua (de la canilla y agua mineral que tenga la etiqueta con el análisis químico para comparar) y agregar 3 ml de Buffer pH 10 $\text{NH}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ y 4-5 gotas de indicador negro de Eriocromo T y titular con la solución de EDTA.

El cambio en el punto de equivalencia se manifestará por un viraje de rojo vinoso a azul violáceo (observación: el punto final de Eriocromo T no es fácil de observar, requiere buena iluminación y práctica). No descarte las muestras, así podrá utilizarlas como referencia futura.

La titulación se hace por triplicado, y a su valor promedio se le resta un blanco de 50,00 ml de agua destilada procesado en condiciones idénticas.

c) Dureza de Ca^{+2} :

Se toman 50,00 ml de agua y se le agregan 30 gotas de NaOH al 50 % p/v. Agitar durante 5 minutos para precipitar el hidróxido de magnesio. Este precipitado puede ser imperceptible.

Añadir a la muestra aproximadamente 100 mg del indicador murexide y titular con la solución de EDTA hasta cambio de rojo a azul.

Resultados: Expresar la dureza total (Ca^{+2} y Mg^{+2}) y dureza por Ca^{+2} en ppm de CaCO_3 .

Problemas:

1. Calcular el volumen de solución de EDTA 0,050 M necesario para valorar:

a) 26,37 ml de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 0,0741 M.

b) El Ca en 0,2145 g de CaCO_3 .

c) El Ca de un mineral que contiene 81,4% de “brucita” ($\text{CaHPO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, peso fórmula gramo: 172,1 masa de muestra 0,50000g.

R: a) 39 ml, b) 43 ml, c) 47 ml.

2. La valoración de Ca^{2+} y Mg^{2+} en una alícuota de 100,0 ml de agua pura necesitó 44,75 ml de EDTA 0,01115 M. Una segunda alícuota se alcalinizó con NaOH para eliminar MG como $\text{Mg}(\text{OH})_2$, tras lo cual el líquido sobrenadante se valoró con 31,38 ml de solución EDTA. Calcular:

- La dureza total de la muestra expresada en ppm de CaCO_3 .
- Las ppm de CaCO_3 de la muestra.

3. Los iones Pb^{2+} forman con EDTA un complejo más fuerte que el que se forma con iones Mg^{2+} , pero el pH requerido para la reacción es tan alto que el Pb normalmente precipitaría. A una muestra acuosa de 25,00 ml se agregan 50,00 ml de EDTA 0,0100 M. El pH se ajusta y el exceso de EDTA se retitula con Mg^{2+} $1,000 \times 10^{-2}$ M, para lo cual se requiere 14,70 ml. Calcule la concentración molar de Pb en la muestra.

R: 0,0141 M.

4. Se diluyó a 2,00 l una muestra de orina recogida durante 24 hs. Después de tamponar a pH 10 una alícuota de 10,00 ml consumió en su valoración 26,81 ml de EDTA 3,474 mM. Se precipitó el Ca de una segunda alícuota de 10,00 ml en forma de CaC_2O_4 , se redisolvió en ácido y se valoró con 13,63 ml de la solución de EDTA. Suponiendo que son normales de 15 a 300 mg de Mg y de 50 a 400 mg de Ca por día, ¿está dentro de estos límites la muestra

a
n
a
l
i
z
a
d