

	<b>MÉTODO ANALÍTICO CÁLCIO: TITULOMÉTRICO CON EDTA, SM 3500 Ca B.</b>	
	Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá	
	Código: D-7.2-18	Versión: 07
	Revisó: Subdirector de Planeación y O.T.	Aprobó: Director General (E).
	Fecha: 09 de Julio de 2025	Fecha: 09 de Julio de 2025
	Resolución: 100-03-10-23-1338-2025	Páginas: 1 de 4

## 1. DESCRIPCIÓN

Las sales de calcio contribuyen a la dureza total del agua. Los tratamientos químicos de ablandamiento del agua o intercambio iónico reducen la concentración del calcio y la dureza. El contenido de calcio en el agua potable puede ir de cero a varios cientos de miligramos por litro dependiendo de la fuente y tratamiento.

## 2. ALCANCE

Este método aplica para el análisis mediante técnica titulométrica para la determinación de calcio en aguas: superficiales, subterráneas y residuales; en un rango de trabajo comprendido entre 2 y 100 mg/L Ca.

## 3. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO

### 3.1 Principio

Cuando el EDTA (ácido etilen diamino tetraacético o sus sales) se añade al agua que contiene calcio y magnesio, éste se combina primeramente con el calcio. El calcio puede determinarse directamente, usando EDTA, cuando el pH es suficientemente alto para que el magnesio precipite como hidróxido, y se usa un indicador que reaccione únicamente con el calcio. Varios indicadores cambian de color cuando todo el calcio ha formado complejo con el EDTA a un pH entre 12 y 13.

### 3.2 Interferencias

Algunos iones metálicos interfieren produciendo puntos finales débiles o provocando consumo de EDTA. Las materias orgánicas coloidales también pueden interferir en el punto final, se eliminan mediante evaporación de la muestra por secado al baño de vapor y calentamiento. La alcalinidad también puede interferir en la determinación de la dureza, se recomienda que para alcalinidades mayores o iguales a 300 mg/L se realicen una digestión previa durante un (1) minuto a la muestra o alícuota antes de la titulación.

## 4. TOMA DE MUESTRAS Y ALMACENAMIENTO

Se almacena en recipiente de vidrio o plástico, la cantidad mínima son 100 mL, si no se analiza inmediatamente se llevan a pH<2 con HNO<sub>3</sub>, refrigere a 4°C, puede almacenarse hasta por 6 meses.

## 5. MATERIALES Y EQUIPOS

- Titulador automático Metrohm.
- Vidriería volumétrica en general.
- Balanza analítica.
- Transferpipetas de 0,1-1,0 ml y de 1- 10ml.

## 6. REACTIVOS

- Solución titulante:  $C_{(Na_2EDTA)} = 0,01 \text{ mol/L}$ . 3,723 g de EDTA se disuelven en agua destilada y se lleva a un litro.
- Carbonato de calcio (1000 mg/L): Pesar 1gr de polvo de  $CaCO_3$  anhidro en un matraz de 500 mL. Colocar un embudo en el cuello del matraz y añadir poco a poco HCl 1:1 hasta la disolución total del  $CaCO_3$ . Añadir 200 ml de agua destilada y hágase hervir durante unos minutos (3-5) para expeler el  $CO_2$ . Enfriar y añadir unas gotas de indicador de rojo de metilo y ajustar a color naranja intermedio por adición de  $NH_4OH$  3N o HCl 1:1, según se requiera. Transferir cuantitativamente a un balón y diluir hasta 1000 mL con agua destilada. 1 mL= 1,0 mg de  $CaCO_3$ .
- Murexida: Pese 200 mg de murexida y mézclelos con 100 g de cloruro de sodio, moler en una cápsula de porcelana hasta obtener una mezcla homogénea.

## 7. PROCEDIMIENTO

- Ingreso de la muestra al laboratorio, se agita vigorosamente, sino se va a realizar inmediatamente se fija la muestra.
- Verificar estado del titulador automático.
- Enjuagar la bureta, retirar burbujas del compartimiento de 20 mL si es necesario, todas las titulaciones se realizan con el titulador Metrohm de manera manual.
- Tomar una alícuota de 50 ml de muestra o una porción diluida a 50 ml, regularle el pH en un rango de 12 a 13 con NaOH 1N; agítase y añádase de 0.1 a 0.2 g del indicador (murexida), titular con EDTA 0,01N hasta el viraje de rosa a morado. No demorar más de 5 minutos entre la adición de la murexida y el final de la titulación.
- Para muestras residuales y/o contaminadas se debe hacer una digestión con ácido nítrico de la siguiente manera: Tomar 50 ml de muestra o una porción diluida a 50ml, adicionar 5 ml de  $HNO_3$  y evaporar hasta un volumen de 10 a 20 ml, si la muestra no se ha tornado transparente y ligeramente coloreada, adicionar más  $HNO_3$  y volver a digerir con la precaución de no dejar secar la muestra. La digestión se hace perceptible cuando la solución se torna transparente y ligeramente coloreada.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-18	Versión: 07	Página: 2 de 4

- Posteriormente dejar enfriar la muestra y si se requiere determinar calcio disuelto filtrar esta. Adicionar el filtrado a un balón aforado de 100 ml y diluir, de esta manera la muestra estará lista para analizarla aplicando el método completo de análisis.

## 8. CÁLCULOS Y RESULTADOS

$$\text{mg Ca/L} = (\text{A} \times \text{B} \times 400.8) / \text{ml de muestra}$$

Donde;

A: ml de titulante gastados para la titulación.

B: mg CaCO<sub>3</sub> equivalentes a 1,0 ml de EDTA.

**Nota:** A los patrones se les debe restar el blanco.

## 9. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

Por cada lote de máximo 20 muestras analizadas, ejecute los siguientes controles de calidad:

- Analizar un blanco, realizar una corrección del mismo si su resultado es > a 1/2 al límite de cuantificación.
- Analizar un patrón equivalente al límite de cuantificación. % Error aceptado ≤ 30%.  
Analizar un patrón de 10,02 mg/L. % Error aceptado ≤ 15%.
- Analizar un patrón de 80,16 mg/L. % Error aceptado ≤ 15%.
- Analizar una muestra por duplicado. RPD ≤ 20%.
- Verificar la estandarización del EDTA con el CaCO<sub>3</sub>, la diferencia no debe ser mayor del 10% del valor verdadero.
- Analizar una muestra enriquecida por duplicado. RPD ≤ 20%; % Recuperación aceptado ≤ 70-130%.

En la casilla de pH de la captura de datos se debe anotar el pH medido luego de adicionarle la solución de NaOH y la pizca de murexida, esto se hace cada vez que se analice una muestra.

## 10. MANTENIMIENTO

En general se trata de la limpieza de la bureta y de la buena maceración al realizar el murexida.

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-18	Versión: 07	Página: 3 de 4

## 11. BIBLIOGRAFÍA

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. In: Lipps Wc, Braunt-Howland Eb, Baxter Te. Eds. Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater, 24th Ed. Washington Dc: APHA PRESS;2023. SM 3500 Ca B.

## 12. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
11/08/2017	300-03-10-23-0990	01	Aprobación inicial con código y nombre: D-5.4-19: MÉTODO ANALÍTICO CÁLCIO: TITULOMÉTRICO CON EDTA, SM 3500 Ca B.
06/10/2017	300-03-10-23-01270	02	Se modificaron los patrones de control de seguimiento interno del método.
15/08/2018	300-03-10-23-1436	03	De acuerdo al Standard Methods Ed.23 de 2017 se especifican los siguientes cambios: En la sección REACTIVOS se mencionó la lista de reactivos usados en el método. En la sección PREPARACIÓN DE REACTIVOS se especifica la preparación de la murexida. En la sección de seguimiento y control se modificó la periodicidad del seguimiento. Además, se modificó el criterio de aceptación del blanco, también se agregó la medición de un estándar del límite de cuantificación y se cambiaron las concentraciones de los estándares de seguimiento.
19/11/2019	300-03-10-23-1429	04	Se incluye en el documento la sección 2 – ALCANCE, así: “Este método aplica para el análisis mediante técnica titulométrica para la determinación de calcio en aguas: superficiales, subterráneas y residuales; en un rango de trabajo comprendido entre 2 y 100 mg/L Ca”. Por otro lado, en la sección SEGUIMIENTO Y CONTROL se corrige criterio de aceptación del blanco. Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-19 a D-7.2-18 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.
16/11/2021	300-03-10-23-2356	05	Corrección en la redacción para la acción correctiva del blanco del método.
24/11/2023	300-03-10-23-2554	06	Se actualiza el documento para la determinación de Calcio de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 3500 Ca B. de 2022, edición 24.
09/07/2025	100-03-10-23-1338	07	Se corrigió el año de publicación de la versión vigente de Standard Methods (2023).

Última línea-----última línea-----última línea