

	<b>DETERMINACIÓN DE MAGNESIO POR CÁLCULO: 3500-Mg B.</b>	
	Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá	
	Código: D-7.2-56	Versión: 04
	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 7

## 1. DESCRIPCIÓN

El magnesio está presente en las aguas como ion  $Mg^{2+}$  y junto con el calcio, provoca la dureza del agua. Proviene principalmente de los minerales ferromagnésicos y de algunas rocas que contienen carbonatos. Se encuentra también en la clorofila, en diferentes compuestos organometálicos, en materia orgánica y es un elemento esencial para los seres vivos. Las concentraciones naturales varían entre 1 y hasta 100 mg/L, dependiendo del tipo de roca de que provenga. Aunque, el magnesio es empleado en procesos industriales, el aporte de las aguas residuales en magnesio a las concentraciones totales en aguas superficiales, es relativamente bajo.

## 2. ALCANCE

Este método aplica para el análisis de magnesio en aguas, mediante la técnica de cálculo por relación de variables (DCa y DT) en aguas: superficiales y subterráneas; en un rango de trabajo comprendido entre 5 y 100 mg/L Mg.

## 3. FUNDAMENTOS DEL MÉTODO

### 3.1. Principio

Este método se realiza por cálculo utilizando la dureza total y la dureza cálcica. Por lo tanto, los fundamentos descritos a continuación corresponden a las dos durezas mencionadas anteriormente.

**Dureza Cálcica:** Cuando el EDTA (ácido entilendiaminotetraacético 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.

**Dureza Total:** El ácido etilendiaminotetraacético y sus sales disódicas, EDTA, forman quelatos solubles, poco disociados, cuando se adicionan a una solución que contiene cationes divalentes como  $Ca^{+2}$  y  $Mg^{+2}$ . Si a una solución acuosa que contenga iones calcio y magnesio a un pH de  $10 \pm 0.1$  se añade una pequeña

cantidad de colorante, como negro de eriocromo, la solución toma un color rojo vino; si se añade EDTA como titulante, los iones calcio y magnesio forman un complejo y cuando todos estos iones están incluidos en dicho complejo, la solución cambiará a azul, señalando el punto final de la titulación. Este método aplica para aguas potables, subterráneas, superficiales, lluvias, y lavado de fruta. La nitidez del punto final aumenta con los incrementos del pH, sin embargo, el pH no puede aumentar indefinidamente debido al peligro de la precipitación de carbonato de calcio o hidróxido de magnesio y porque la tinción cambia de color a pH alto. Se fija un límite de 5 minutos de duración para la titulación con el fin de reducir al mínimo la tendencia a la precipitación de  $\text{CaCO}_3$ .

### 3.2. Interferencias

**DT:** Algunos iones metálicos interfieren produciendo puntos finales débiles o provocando consumo de EDTA, se reduce añadiendo algunos inhibidores antes de la titulación. 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. En caso que el agua tenga iones de interferencia, se debería añadir un complejante adecuado para lograr un resultado neto y exacto del color en el punto final. Son satisfactorios los siguientes:

**INHIBIDOR I:** Ajústense las muestras ácidas a pH 6 O más con tampón de NaOH 0,1N. Añádanse 250mg de cianuro sódico ( $\text{NaCN}$ ) en polvo. A continuación, añádase buffer suficiente para ajustar el pH a  $10 \pm 0,1$  Las soluciones que contengan este inhibidor deben drenarse con un chorro de agua en cantidad suficiente para asegurar que no quede ácido capaz de liberar ácido cianhídrico ( $\text{HCN}$ ) tóxico volátil.

**PRECAUCIÓN:** El **NaCN** es extremadamente tóxico. Su empleo requiere la adopción de precauciones extraordinarias.

**INHIBIDOR II:** Disuélvanse 5,0 g de sulfuro sódico no anhidro ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) o 3.7 g de  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  en 100 ml de agua destilada. La entrada de aire se evita con un tampón de goma fijado fuertemente.

Este inhibidor se deteriora por oxidación del aire y produce un precipitado sulfuro que oscurece el punto final cuando existen concentraciones apreciables de metales pesados.

**TABLA 2.** Concentraciones máximas de interferencias permitidas con diversos inhibidores\*

Sustancia que interfiere	Concentración Max de interferencia mg/L	
	Inhibidor I	Inhibidor II
Aluminio	20	20
Bario	+	+
Cadmio	+	+
Cobalto	más de 20	0,3
Cobre	más de 20	20
Hierro	más de 20	5
Plomo	+	20
Manganeso ( $Mn^{+2}$ )	+	1
Níquel	más de 20	0,3
Estroncio	+	+
Zinc	+	200
Polifosfato	+	10

\* Basado en una muestra de 25 ml diluida a 50 ml.

+ Titular como dureza.

**DC:** 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 MUESTRA Y ALMACENAMIENTO

Se almacena en recipiente de vidrio o plástico, la cantidad mínima son 100 mL, si no se analiza inmediatamente se lleva a pH <2 con HNO<sub>3</sub>, refrigere a 4°C, puede almacenarse hasta por 6 meses. Si desea determinar magnesio disuelto filtre la muestra antes de preservarla.

## 5. MATERIALES Y EQUIPOS

- Titulador automático Methrom placa 0088.
- Unidad intercambiable.
- Material volumétrico.
- Transferpipetas de 10-100 microlitros.
- Transferpipetas de 1 a 10 mililitros.

## 6. REACTIVOS

**Solución titulante:**  $C(\text{EDTA}) = 0,01 \text{ mol/L}$ . 3,723 g de EDTA se disuelven en agua destilada y se lleva a un litro.

**Solución reguladora (buffer):** Consta de dos soluciones base, así:

- **Solución 1:** 644 mg de cloruro de magnesio o 780 mg de sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) y 1,179 g de EDTA se disuelven en 50 ml de agua destilada.

- **Solución 2:** 16,9 g de cloruro de amonio se disuelven en 143 ml de hidróxido de amonio concentrado.

Se mezclan las soluciones 1 y 2, se diluyen a 250 ml y se almacena en frasco hermético para evitar vapores de amonio, estable por más de un mes.

**Indicador negro de eriocromo T:** 0,5 g de colorante eriocromo negro, se mezcla en un mortero con 100 g de NaCl previamente secado a  $100^\circ\text{C}$ , se guarda en un lugar seco en un recipiente de vidrio.

**Carbonato de calcio (1000 mg/L):** Pesar 1gr de polvo de  $\text{CaCO}_3$  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  $\text{CaCO}_3$ . Añadir 200 ml de agua destilada y hágase hervir durante unos minutos (3-5) para expeler el  $\text{CO}_2$ . Enfriar y añadir unas gotas de indicador de rojo de metilo y ajustar a color naranja intermedio por adición de  $\text{NH}_4\text{OH}$  3N o HCl 1:1, según se requiera. Transferir cuantitativamente a un balón y diluir hasta 1000 mL con agua destilada.  $1 \text{ mL} = 1,0 \text{ mg de } \text{CaCO}_3$ .

**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.

**NaOH – [1 N]:** pese 4 g de hidróxido de sodio y diluya a 100 ml con agua destilada, en un balón aforado.

## 7. PROCEDIMIENTO

### Dureza Cálcica

- 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, regularle el pH en un rango de 12 a 13 con NaOH 1N; titular con EDTA 0,01N hasta el viraje de rosa a morado.

**NOTA:** Para muestras residuales y/o contaminadas se debe hacer una digestión con ácido nítrico; el procedimiento se describe a continuación:

Tomar 50 ml de muestra o una porción diluida a 50ml, adicionar 5 ml de HNO<sub>3</sub> y evaporar hasta un volumen entre 10 y 20 ml, si la muestra no se ha tornado transparente y ligeramente coloreada, adicionar más HNO<sub>3</sub> 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.

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.

### Dureza total

- 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 teniendo en cuenta sus respectivos indicadores.
- Tomar 25 ml de muestra y diluir a 50 ml, luego agregar de 1 a 2 ml de solución buffer. Usualmente 1 ml será suficiente para dar un pH entre 10 ±0,1.
- Titular manualmente con EDTA 0,01M hasta viraje a azul. La adición del titulante debe ser lenta y la muestra debe estar en continua agitación. Si no ocurre el viraje de rosa a azul probablemente se necesite la adición de un inhibidor o el cambio del indicador porque este se ha deteriorado.

- Retirar bureta, lavarla con abundante agua destilada y llevarlos a su respectivo émbolo.
- Agregar los residuos al tanque de desechos.

## 8. CÁLCULOS Y RESULTADOS

$$\text{mg Mg/L: (Dureza Total - Dureza Cálcica)*0.243}$$

## 9. SEGUIMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

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

- Un blanco, realizar una acción correctiva si su resultado es  $\geq$  a la mitad del límite de cuantificación.
- Un patrón de 5 mg Mg/L. % Error aceptado  $\leq$  30%.
- Un estándar de 50 mg Mg/L. Error aceptado  $\leq$  15%.

## 10. MANTENIMIENTO

No aplica

## 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..Sección SM 3500-Mg B.

## 12. CONTROL DE CAMBIOS

Fecha	Resolución	Versión	Detalle
14/02/2019	300-03-10-23-0169	01	Aprobación inicial con código y nombre D-5.4-95: DETERMINACIÓN DE MAGNESIO POR CÁLCULO: 3500-Mg B.
19/11/2019	300-03-10-23-1429	02	Se incluye en el documento la sección 2 – ALCANCE, así: “Este método aplica para el análisis de magnesio en aguas, mediante la técnica de cálculo por relación de variables (DC y DT) en

Corporación para el Desarrollo Sostenible del Urabá		
D-7.2-56	Versión: 04	Página: 6 de 7

			<p>aguas: superficiales y subterráneas; en un rango de trabajo comprendido entre 5 y 100 mg/L Mg".</p> <p>Por otro lado, debido a la poca frecuencia con la que se desarrolla el presente método, se modifica la sección SEGUIMIENTO Y CONTROL pasando de aplicarlo cada 20 muestras a semanalmente, con el objetivo de ser más rigurosos.</p> <p>Se cambia la codificación del documento pasando de D-5.4-95 a D-7.2-56 de acuerdo a la nueva versión de la Norma – ISO/IEC 17025:2017.</p>
24/11/2023	300-03-10-23-2554	03	Se actualiza el documento para la determinación de Magnesio de acuerdo con la metodología normalizada de Standard Methods 3500-Mg B de 2022, edición 24.
09/07/2025	100-03-10-23-1338	04	Se corrigió el año de publicación de la versión vigente de Standard Methods (2023).

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