

## TÉCNICAS ANALÍTICAS DE CAMPO

J.R. FAGUNDO CASTILLO, J. PAJÓN MOREJÓN

### I. Determinación de $\text{CO}_2$ libre

Se efectúa por valoración neutralizando el ácido carbónico que se encuentra en equilibrio con el  $\text{CO}_2$  libre, mediante una solución de carbonato de sodio 0.05 N.

*Modo operatorio.*

En una probeta de 50 ml, se introducen 10 ml de la muestra de agua. Se agregan 2 gotas de fenolftaleína, si aparece una coloración rosada no hay  $\text{CO}_2$  en la muestra. Si por lo contrario (es lo más común), no hay coloración, se agrega 1ml de la solución de tartrato doble de sodio y potasio y se valora con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.05 N hasta aparición de un color rosado que desaparece al cabo de 3 minutos.

### II. Determinación de $\text{CO}_3^{2-}$

Este ion es poco común en las aguas naturales cubanas, teniendo en cuenta que por lo general estas presentan un pH inferior a 8,3 - 8,4, rango a partir del cual aparecen los iones  $\text{CO}_3^{2-}$ .

Se determina por valoración neutralizando con solución de HCl, previa adición de fenolftaleína como indicador.

*Modo operatorio.*

En un erlenmeyer de 25 ml se agregan 10 ml de agua a analizar. Si al agregar 1 gota de fenolftaleína el agua toma una coloración rosa eso significa que el pH es mayor de 8,3 y que el agua contiene iones  $\text{CO}_3^{2-}$ . Entonces se valora con una solución de HCl 0.01 N hasta desaparición de la coloración rosa.

### III. Determinación de alcalinidad total ( $\text{HCO}_3^- + \text{CO}_3^{2-}$ )

Si después de añadir fenolftaleína a la muestra de agua, esta no se pone de color rojo, esto significa que el pH del agua es menor de 8,4 y que estas contienen sólo  $\text{HCO}_3^-$ , el cual se determina en presencia de anaranjado de metilo. En caso de existir iones  $\text{CO}_3^{2-}$  en la muestra, se

determina el  $\text{HCO}_3^-$  por la diferencia entre la alcalinidad total y el contenido de  $\text{CO}_3^{2-}$  determinado anteriormente.

*Modo operatorio.*

La determinación se realiza en un erlenmeyer de 25mL. Se agregan 10mL del agua estudiada y una gota de anaranjado de metilo al 1%. Seguidamente se valora con HCl 0,05 N hasta cambio de coloración de amarillo a anaranjado de metilo.

#### **IV. Determinación de la dureza ( $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ )**

Los metales alcalino-terreos presentes en las aguas, forman complejos de tipo quelato con la sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (EDTA).

En la determinación de la dureza se utiliza el Negro de Eriocromo T como indicador, este es un ácido tribásico que forma complejos solubles coloreados con los iones calcio y magnesio. El cambio de color de la disolución en el punto final de la valoración es de rojo-vinoso a azul, dado que el complejo del magnesio con el indicador es de rojo vinoso y el indicador libre es azul en el intervalo de pH 6,5 - 11, siendo un pH de 10 el óptimo en la valoración.

Es imprescindible que en las aguas exista el ion magnesio aunque sea en pequeñas cantidades, para que se produzca el cambio de color.

*Modo operatorio.*

En un erlenmeyer de 25 ml se agrega con una pipeta 10 ml, del agua a analizar. Se añaden de 3 a 4 gotas de solución amoniacal y una pizca de Eriocromo Negro T. Se agita la solución y se valora con solución de EDTA 0,02 N hasta cambio de coloración de rojo-vino a azul.

#### **V. Determinación de $\text{Ca}^{2+}$ .**

La concentración de iones calcio se determina de forma similar a la dureza utilizándose como solución alcalina hidróxido de sodio y como indicador Murexida.

*Modo operatorio.*

En un erlenmeyer de 25 ml se añaden 10 ml de agua para analizar, agregándose 3 gotas de hidróxido de sodio al 50% y una pizca de indicador Murexida. Se agita la solución y se valora despacio con EDTA 0.02 N hasta cambio de coloración de rosado a violeta, lo cual indicara el fin de la reacción.

## **VI. Determinación de Cl<sup>-</sup>**

La concentración de iones cloruro se determina en medio neutro mediante valoración con solución de nitrato de plata en presencia de cromato de potasio como indicador. El fin de la reacción tiene lugar con la aparición del tinte rojo característico del cromato de plata.

*Modo operatorio.*

Se agregan 10 ml del agua a analizar en un erlenmeyer de 25 ml. Se añaden 3 gotas de cromato de potasio al 10 % y se valora con nitrato de plata 0.01 N hasta aparición de un enturbiamiento de color rojo ladrillo.

## **VII. Determinación de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>**

La determinación se realiza mediante valoración por retroceso haciendo reaccionar la muestra con cloruro de bario (1ml) y cloruro de magnesio (0.5 ml) y procediendo después como en la determinación de dureza total.

*Modo operatorio.*

En un erlenmeyer de 25 ml se agregan 10ml del agua a analizar. Se añade la misma cantidad de ácido clorhídrico 0,05 N que se usó en la determinación del HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> más un exceso de 3 o 4 gotas. Se calienta a ebullición y se agrega en caliente 1 ml de BaCl<sub>2</sub> 0,02 N. Si en la muestra aparece una suspensión blanca se agrega 1 o 2 ml de solución de cloruro de bario 0,02 N. Se calienta 1 minuto a temperatura de ebullición, se enfría a temperatura ambiente y se agrega 0,5 ml de MgCl<sub>2</sub> 0,02 N.

Después se procede como en la determinación de la dureza total agregando 3 gotas de solución amoniacal, una pizca de indicador de Eriocromo Negro T y valorando con EDTA 0,02 N hasta cambio de coloración de rojo vino a azul.

## **VIII. Determinación de Na<sup>+</sup> + K<sup>+</sup>**

En las aguas naturales de poca o mediana mineralización, el contenido de estos iones se calcula como la diferencia entre aniones y cationes. En las aguas altamente mineralizadas el cálculo por esta vía es algo impreciso, por lo que es necesario utilizar Fotometría de Llama por Emisión.

## **REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA**

Markowicz, M. and Pulina, M. (1979). Ilosciowa pomikroanaliza chemiczna wod w obszarach krasu welanowego. Ed. Silesian Universitet, Katowice, pp. 67.