

1.08039.0001

MQuant®

Total Hardness Test

1. Definition

The hardness (total hardness) of a given water is due to its content of salts of the alkaline earth metals calcium, magnesium, strontium, and barium ("hardening constituents"). Since strontium and barium are generally present in waters only in traces, the hardness is defined as the content in a water of calcium ions, Ca^{2+} , and magnesium ions, Mg^{2+} ("hardness ions"). The conventional procedure is to relate the statement of the water hardness only to calcium, in other words to express also the content of magnesium ions as calcium content.

The units for the water hardness relate to calcium or its compounds CaO ($1^\circ\text{d} \triangleq 10 \text{ mg/l CaO}$) or CaCO_3 ($1^\circ\text{e} \triangleq 14.25 \text{ mg/l CaCO}_3$; $1^\circ\text{f} \triangleq 10 \text{ mg/l CaCO}_3$), with the magnesium content being expressed as calcium content and included in the calculation accordingly.

2. Method

Titrimetric determination with titration pipette

Calcium and magnesium ions react with an indicator to form a red complex compound. The indicator is released from this compound by titration with a solution of ethylenedinitrilotetraacetic acid disodium salt dihydrate (Titriplex® III). At the titration end-point the color changes to green. The total hardness is determined from the consumption of titration solution.

3. Measuring range and number of determinations

Measuring range ^{1), 2)}	Graduation of the titration pipette	Number of determinations ³⁾
0.25 - 25 °e (0.2 - 20 °d)	0.25 °e (0.2 °d)	300
10 - 360 mg/l CaCO_3	10 mg/l CaCO_3	

¹⁾ with 1 full pipette

²⁾ for conversion factors see section 9

³⁾ In the case of total hardness values exceeding 12.5 °e, the maximum number of determinations possible is fewer than 300 (see section 11).

4. Applications

Sample material:

Groundwater, surface water, and seawater
Waters from aquaculture
Drinking water and mineral water
Swimming-pool water
Boiler water

5. Influence of foreign substances

Cadmium, cobalt, copper, iron, mercury, nickel, and zinc interfere with the determination.

6. Reagents and auxiliaries

The test reagents are stable up to the date stated on the pack when stored closed at +15 to +25 °C.

Package contents:

2 bottles of reagent H-1 (indicator solution)
2 bottles of reagent H-2 (titration solution)
1 graduated 5-ml plastic syringe
1 test vessel
1 titration pipette
1 card with brief instruction

Other reagents:

MQuant® Universal indicator strips pH 0 - 14, Cat. No. 1.09535
Sodium hydroxide solution 1 mol/l Titripur®, Cat. No. 1.09137
Hydrochloric acid 1 mol/l Titripur®, Cat. No. 1.09057
MQuant® Total Hardness Tests:
Cat. No. 1.10025, measuring range <4 - >26 °e or
Cat. No. 1.10046, measuring range >6 - >31 °e
MQuant® Total Hardness Test, Cat. No. 1.08047, measuring range 0.13 - 7 °e (with 1 full pipette)
MQuant® Residual Hardness Test (with color card), Cat. No. 1.11142, measuring range 0.05 - 0.19 °e
Calcium chloride dihydrate for analysis EMSURE®, Cat. No. 1.02382

Refill packs:

Cat. No. 1.08033

MQuant® Total Hardness Test, Refill pack for 1.08039
(Reagents **without technical accessories** for 300 determinations at 12.5 °e)

Cat. No. 1.11122

MQuant® Total Hardness Test, Reagent H-1 (indicator solution)
Refill pack for 1.08039
(600 determinations at 12.5 °e in combination with 1.08203)

Cat. No. 1.08203

MQuant® Total Hardness Test, Reagent H-2 (titration solution)
Refill pack for 1.08039
(600 determinations at 12.5 °e in combination with 1.11122)

7. Preparation

- The pH must be within the range 6 - 8. Adjust, if necessary, with sodium hydroxide solution or hydrochloric acid.
- Check the total hardness with the MQuant® Total Hardness Test. Samples with low water hardness should be determined using the MQuant® Total Hardness Test Cat. No. 1.08047 or the MQuant® Residual Hardness Test Cat. No. 1.11142.

8. Procedure

Rinse the test vessel several times with the pretreated sample.		
Pretreated sample (15 - 30 °C)	5 ml	Inject into the test vessel with the syringe.
Reagent H-1	3 drops ¹⁾	Add and swirl. The sample turns red in color in the presence of hardening constituents.

Place the titration pipette **loosely** on the open reagent bottle H-2. **Slowly** withdraw the piston of the titration pipette from the lowest position until the **lower** edge of the black piston seal is level with the zero mark of the scale. (This fills **only the dropping tube** with titration solution.)

Remove the titration pipette and briefly wipe the tip of the dropping tube. Then **slowly** add the titration solution dropwise to the sample **while swirling** until its color changes from **red** via **grey-violet** (shortly before the complete color change) to **green**. Shortly before the color changes, wait a few seconds after adding each drop.

Read off the result in °d or mg/l CaCO_3 from the corresponding scale of the titration pipette at the **lower** edge of the black piston seal.

¹⁾ Hold the bottle vertically while adding the reagent!

Assessment:

Hardness range	mg/l CaCO_3	mmol/l CaCO_3 (Ca)	°e
soft	<150	<1.5	<10.5
moderately hard	150 - 250	1.5 - 2.5	10.5 - 17.5
hard	>250	>2.5	>17.5

Notes on the measurement:

- While filling the titration pipette, it must **not** be screwed tightly on the reagent bottle!
- After the analysis inject any titration solution still remaining in the pipette back into the reagent bottle H-2 and **close the reagent bottle tightly using the pipette instead of the screw cap**.

9. Conversions

required given	mmol/l CaCO_3 (Ca)	mg/l CaCO_3	mg/l Ca	English degree °e	French degree °f	German degree °d
1 mmol/l CaCO_3 (Ca)	1	100.1	40.08	7.02	10.01	5.61
1 mg/l CaCO_3	0.010	1	0.400	0.070	0.100	0.056
1 mg/l Ca	0.025	2.50	1	0.175	0.250	0.140
1 English degree °e	0.142	14.25	5.71	1	1.43	0.799
1 French degree °f	0.100	10.00	4.00	0.702	1	0.560
1 German degree °d	0.178	17.85	7.15	1.25	1.78	1

10. Method control

To check test reagents, measurement device, and handling: Dissolve 3.67 g of calcium chloride dihydrate in distilled water, make up to 1000 ml with distilled water, and mix. Ca content: 1000 mg/l ($\triangleq 175^\circ\text{e}$). Dilute this standard solution with distilled water to 50 mg/l Ca ($\triangleq 8.75^\circ\text{e}$) and analyze as described in section 8.

Additional notes see under www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

11. Notes

- Reclose the reagent bottles immediately after use.
- Store the reagent bottle H-2 (titration solution) **with the titration pipette firmly attached** lying flat in the corresponding depression in the pack.
- Rinse the test vessel and the syringe **with distilled water only**.
- In titrimetric determinations the consumption of titration solution is dependent on the concentration of the substance to be determined (here: the hardness ions). The quantities of indicator and titration solution contained in the reagent bottles have been calculated to suffice for 300 determinations each of 12.5 °e. The following applies for softer or harder waters:

Hardness °e	Number of determinations	Indicator solution	Titration solution
0.25 - 12.5	300	is used up completely	A remainder is left over.
>12.5	<300	A remainder is left over.	is not sufficient for 300 determinations

- Dispose of chemical waste in accordance with the local regulations.**

1.08039.0001

MQuant®

Gesamthärte-Test

1. Definition

Die Härte (Gesamthärte) eines Wassers ist bedingt durch seinen Gehalt an Salzen der Erdalkalimetalle Calcium, Magnesium, Strontium und Barium („Härtebildner“). Da Strontium und Barium in Wässern i.a. nur in Spuren vorkommen, definiert man die Härte als Gehalt eines Wassers an Calcium-Ionen, Ca^{2+} , und Magnesium-Ionen, Mg^{2+} („Härteionen“). Es ist üblich, die Angabe der Wasserhärte nur auf Calcium zu beziehen, d. h., auch den Gehalt an Magnesium-Ionen als Calcium-Gehalt auszudrücken.

Die Einheiten für die Wasserhärte beziehen sich auf Calcium oder seine Verbindungen CaO ($1^\circ\text{d} \triangleq 10 \text{ mg/l CaO}$) bzw. CaCO_3 ($1^\circ\text{e} \triangleq 14,25 \text{ mg/l CaCO}_3$; $1^\circ\text{f} \triangleq 10 \text{ mg/l CaCO}_3$), wobei der Magnesium-Gehalt als Calcium-Gehalt ausgedrückt und mit eingerechnet wird.

2. Methode

Titrimetrische Bestimmung mit Titrierpipette

Calcium- und Magnesium-Ionen bilden mit einem Indikator eine rote Komplexverbindung. Aus dieser wird beim Titrieren mit einer Lösung von Ethylendinitrilotetraessigsäure Dinatriumsalz-Dihydrat (Titrplex® III) der Indikator freigesetzt. Am Endpunkt der Titration erfolgt ein Farbumschlag nach Grün. Die Gesamthärte ergibt sich aus dem Verbrauch an Titrierlösung.

3. Messbereich und Anzahl der Bestimmungen

Messbereich ^{1), 2)}	Abstufung der Titrierpipette	Anzahl der Bestimmungen ³⁾
0,2 - 20 °d	0,2 °d	300 bei 10 °d
10 - 360 mg/l CaCO_3	10 mg/l CaCO_3	bei 180 mg/l CaCO_3

¹⁾ mit 1 Pipettenfüllung

²⁾ Umrechnungsfaktoren s. Abschnitt 9

³⁾ Bei Gesamthärte-Werten über 10°d ist die mögliche Anzahl der Bestimmungen kleiner als 300 (s. Abschnitt 11).

4. Anwendungsbereich

Probenmaterial:

Grund- und Oberflächenwasser, Meerwasser
Wässer aus Aquakultur
Trink- und Mineralwasser
Schwimmbadwasser
Kesselwasser

5. Einfluss von Fremdstoffen

Cadmium, Cobalt, Eisen, Kupfer, Nickel, Quecksilber und Zink stören die Bestimmung.

6. Reagenzien und Hilfsmittel

Die Testreagenzien sind - bei +15 bis +25 °C verschlossen aufbewahrt - bis zu dem auf der Packung angegebenen Datum verwendbar.

Packungsinhalt:

2 Flaschen Reagenz H-1 (Indikatorlösung)
2 Flaschen Reagenz H-2 (Titrierlösung)
1 graduierte 5-ml-Kunststoffspritze
1 Testglas
1 Titrierpipette
1 Karte mit Kurzanleitung

Weitere Reagenzien:

MQuant® Universalindikatorstäbchen pH 0 - 14, Art. 1.09535
Natronlauge 1 mol/l Titripur®, Art. 1.09137
Salzsäure 1 mol/l Titripur®, Art. 1.09057
MQuant® Gesamthärte-Tests:
Art. 1.10025, Messbereich $<3 - >21^\circ\text{d}$ oder
Art. 1.10046, Messbereich $>5 - >25^\circ\text{d}$
MQuant® Gesamthärte-Test, Art. 1.08047,
Messbereich $0,1 - 5,6^\circ\text{d}$ (mit 1 Pipettenfüllung)
MQuant® Resthärte-Test (mit Farbkarte), Art. 1.11142,
Messbereich $0,04 - 0,15^\circ\text{d}$
Calciumchlorid-Dihydrat zur Analyse EMSURE®, Art. 1.02382

Nachfüllpackungen:

Art. 1.08033

MQuant® Gesamthärte-Test, Nachfüllpackung für 1.08039
(Reagenzien **ohne technisches Zubehör** für 300 Bestimmungen bei 10°d)

Art. 1.11122

MQuant® Gesamthärte-Test, Reagenz H-1 (Indikatorlösung)
Nachfüllpackung für 1.08039
(600 Bestimmungen bei 10°d in Verbindung mit 1.08203)

Art. 1.08203

MQuant® Gesamthärte-Test, Reagenz H-2 (Titrierlösung)
Nachfüllpackung für 1.08039
(600 Bestimmungen bei 10°d in Verbindung mit 1.11122)

7. Vorbereitung

- pH-Wert soll im Bereich 6 - 8 liegen.**
Falls erforderlich, mit Natronlauge bzw. Salzsäure einstellen.
- Gesamthärte überprüfen mit MQuant® Gesamthärte-Test.
Proben mit geringer Wasserhärte sollten mit dem MQuant® Gesamt-härte-Test Art. 1.08047 bzw. mit dem MQuant® Resthärte-Test Art. 1.11142 bestimmt werden.

8. Durchführung

Testglas mehrmals mit der vorbereiteten Probe spülen.		
Vorbereitete Probe (15 - 30 °C)	5 ml	Mit der Spritze in das Testglas geben.
Reagenz H-1	3 Tropfen ¹⁾	Zugeben und umschwenken. Bei Anwesenheit von Härtebildnern färbt sich die Probe rot .
Titrierpipette lose auf die geöffnete Reagenzflasche H-2 aufsetzen. Stempel der Titrierpipette von der untersten Position aus langsam herausziehen, bis der untere Rand der schwarzen Stempeldichtung mit der Nullmarkierung der Skala übereinstimmt. (Dabei füllt sich nur das Tropfrohr mit Titrierlösung.) Titrierpipette herausnehmen und Spitze des Tropfrohrs kurz abstreifen. Dann die Titrierlösung langsam und unter Umschwenken zur Probe tropfen, bis deren Farbe von Rot über Grauviolett (kurz vor dem Farbumschlag) nach Grün umschlägt. Kurz vor dem Farbumschlag nach jedem Tropfen einige Sekunden warten. Am unteren Rand der schwarzen Stempeldichtung Messwert in °d bzw. mg/l CaCO_3 auf der entsprechenden Skala der Titrierpipette ablesen.		

¹⁾ Flasche während der Zugabe des Reagenzes senkrecht halten!

Bewertung:

Härtebereich	mg/l CaCO_3	mmol/l CaCO_3 (Ca)	°d
weich	<150	<1,5	<8,4
mittel	150 - 250	1,5 - 2,5	8,4 - 14
hart	>250	>2,5	>14

Hinweise zur Messung:

- Die Titrierpipette darf beim Füllen **nicht** fest mit der Reagenzflasche verschraubt sein!
- Nach beendeter Analyse restliche Titrierlösung aus der Titrierpipette in die Reagenzflasche H-2 zurückdrücken und **die Pipette anstelle der Schraubkappe fest auf die Reagenzflasche aufschrauben**.

9. Umrechnungen

gesucht gegeben	mmol/l CaCO_3 (Ca)	mg/l CaCO_3	mg/l Ca	Dt. Grad °d	Engl. Grad °e	Franz. Grad °f
1 mmol/l CaCO_3 (Ca)	1	100,1	40,08	5,61	7,02	10,01
1 mg/l CaCO_3	0,010	1	0,400	0,056	0,070	0,100
1 mg/l Ca	0,025	2,50	1	0,140	0,175	0,250
1 Dt. Grad °d	0,178	17,85	7,15	1	1,25	1,78
1 Engl. Grad °e	0,142	14,25	5,71	0,799	1	1,43
1 Franz. Grad °f	0,100	10,00	4,00	0,560	0,702	1

10. Verfahrenskontrolle

Überprüfung von Testreagenzien, Messvorrichtung und Handhabung:
3,67 g Calciumchlorid-Dihydrat in dest. Wasser lösen, damit auf 1000 ml auffüllen und mischen. Ca-Gehalt: 1000 mg/l ($\triangleq 140^\circ\text{d}$).
Diese Standardlösung mit dest. Wasser auf 50 mg/l Ca ($\triangleq 7^\circ\text{d}$) verdünnen und wie in Abschnitt 8 beschrieben analysieren.
Zusätzliche Hinweise unter www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

11. Hinweise

- Flaschen nach Reagenzentnahme umgehend wieder verschließen.
- Reagenzflasche H-2 (Titrierlösung) **mit fest aufgeschraubter Titrierpipette** liegend in der dafür vorgesehenen Vertiefung der Packung aufbewahren.
- Testglas und Spritze **nur mit dest. Wasser** spülen.
- Bei titrimetrischen Bestimmungen hängt der Verbrauch an Titrierlösung von der Konzentration des zu bestimmenden Stoffs (hier: der Härteionen) ab. Die in den Reagenzflaschen enthaltenen Mengen an Indikator- und Titrierlösung sind so berechnet, dass sie für 300 Bestimmungen von jeweils 10°d ausreichen. Bei weicheeren oder härteren Wässern gilt:

Härte °d	Anzahl der Bestimmungen	Indikatorlösung	Titrierlösung
0,2 - 10	300	wird aufgebraucht	Rest bleibt übrig.
>10	<300	Rest bleibt übrig.	reicht nicht für 300 Bestimmungen

- Chemikalienabfälle gemäß den lokalen Vorschriften entsorgen.**

1.08039.0001

MQuant®

Test Dureté totale

1. Définition

La dureté (dureté totale) d'une eau est conditionnée par sa teneur en sels des métaux alcalino-terreux calcium, magnésium, strontium et baryum (« générateurs de dureté »). Comme le strontium et le baryum ne se trouvent en général dans les eaux que sous forme de traces, on définit la dureté comme la teneur d'une eau en ions calcium, Ca^{2+} , et ions magnésium, Mg^{2+} (« ions dureté »). Il est d'usage de ne rapporter l'indication de la dureté de l'eau que sur le calcium, c'est-à-dire d'exprimer aussi la teneur en ions magnésium comme teneur en calcium.

Les unités pour la dureté d'une eau se réfèrent au calcium ou à ses composés CaO ($1^\circ\text{d} \triangleq 10 \text{ mg/l de CaO}$) ou CaCO_3 ($1^\circ\text{e} \triangleq 14,25 \text{ mg/l de CaCO}_3$; $1^\circ\text{f} \triangleq 10 \text{ mg/l de CaCO}_3$), la teneur en magnésium étant exprimée comme teneur en calcium et y étant incluse.

2. Méthode

Dosage titrimétrique avec pipette de titrage

Les ions calcium et magnésium forment avec un indicateur un composé complexe rouge. À partir de celui-ci, l'indicateur est libéré par titrage avec une solution du sel disodique dihydraté de l'acide éthylènedinitrilotétraacétique (Titriplex® III). À la fin du titrage la couleur vire au vert. La dureté totale résulte de la consommation de solution de titrage.

3. Domaine de mesure et nombre de dosages

Domaine de mesure ^{1), 2)}	Graduation de la pipette de titrage	Nombre de dosages ³⁾
0,36 - 36 °f (0,2 - 20 °d)	0,36 °f (0,2 °d)	à 17,8 °f (10 °d)
10 - 360 mg/l de CaCO₃	10 mg/l de CaCO₃	300 à 180 mg/l de CaCO ₃

¹⁾ avec 1 volume de pipette

²⁾ facteurs de conversion, cf. § 9

³⁾ Pour des valeurs de dureté totale supérieures à 17,8 °f, moins de 300 dosages sont possibles (cf. § 11).

4. Applications

Echantillons :

Eaux souterraines, eaux de surface et eau de mer
Eaux de l'aquaculture
Eaux potables et minérales
Eau de piscine
Eaux de chaudières

5. Influence des substances étrangères

Le cadmium, le cobalt, le cuivre, le fer, le mercure, le nickel et le zinc perturbent le dosage.

6. Réactifs et produits auxiliaires

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

Contenu d'un emballage :

2 flacons de réactif H-1 (solution indicatrice)
2 flacons de réactif H-2 (solution de titrage)
1 seringue plastique graduée de 5 ml
1 tube à essai
1 pipette de titrage
1 carte avec mode d'emploi abrégé

Autres réactifs :

MQuant® Bandelettes indicatrices universelles pH 0 - 14, art. 1.09535
Sodium hydroxyde en solution 1 mol/l Titripur®, art. 1.09137
Acide chlorhydrique 1 mol/l Titripur®, art. 1.09057
MQuant® Tests Dureté totale :
art. 1.10025, domaine de mesure <5 - >37 °f ou
art. 1.10046, domaine de mesure >9 - >45 °f
MQuant® Test Dureté totale, art. 1.08047,
domaine de mesure 0,18 - 10 °f (avec 1 volume de pipette)
MQuant® Test Dureté résiduelle (avec carte colorimétrique), art. 1.11142,
domaine de mesure 0,07 - 0,27 °f
Calcium chlorure dihydraté pour analyses EMSURE®, art. 1.02382

Recharges :

Art. 1.08033

MQuant® Test Dureté totale, Recharge pour 1.08039
(recharge de réactifs **sans accessoires** pour 300 dosages à 17,8 °f)

Art. 1.11122

MQuant® Test Dureté totale, Réactif H-1 (solution indicatrice)
Recharge pour 1.08039
(600 dosages à 17,8 °f combiné à 1.08203)

Art. 1.08203

MQuant® Test Dureté totale, Réactif H-2 (solution de titrage)
Recharge pour 1.08039
(600 dosages à 17,8 °f combiné à 1.11122)

7. Préparation

- Le pH doit être compris entre 6 et 8.
L'ajuster si nécessaire avec de l'hydroxyde de sodium en solution ou de l'acide chlorhydrique.
- Vérifier la dureté totale avec le test Dureté totale MQuant®.
Les échantillons de faible dureté d'eau devraient être dosés avec le test Dureté totale MQuant® art. 1.08047 ou le test Dureté résiduelle MQuant® art. 1.11142.

8. Mode opératoire

Rincer le tube à essai plusieurs fois avec l'échantillon préparé.		
Echantillon préparé (15 - 30 °C)	5 ml	Introduire à la seringue dans le tube à essai.
Réactif H-1	3 gouttes ¹⁾	Ajouter et agiter légèrement. L'échantillon vire au rouge en présence des générateurs de dureté.

Poser **simplement** la pipette de titrage sur le flacon de réactif H-2 ouvert. Tirer **lentement** le piston de la pipette de titrage depuis la position la plus basse jusqu'à ce que le bord **inférieur** du joint noir du piston coïncide avec la marque zéro de l'échelle. (Et **seule le tube compte-gouttes** se remplit de solution de titrage).

Retirer la pipette de titrage et frotter brièvement la pointe du tube compte-gouttes. Puis ajouter **lentement**, goutte à goutte **et en agitant légèrement**, la solution de titrage à l'échantillon jusqu'à ce que sa couleur vire du **rouge** au **vert** en passant par le **violet gris** (juste avant le virage). Juste avant le virage, attendre quelques secondes après chaque goutte.

Lire le résultat sur le bord **inférieur** du joint noir du piston en °d ou en mg/l de CaCO_3 sur l'échelle correspondante de la pipette de titrage.

¹⁾ Pendant l'addition du réactif tenir le flacon verticalement.

Evaluation:

Domaine de dureté	mg/l de CaCO ₃	mmol/l de CaCO ₃ (de Ca)	°f
doux	<150	<1,5	<15
moyennement dur	150 - 250	1,5 - 2,5	15 - 25
dur	>250	>2,5	>25

Remarques concernant la mesure :

- Au cours du remplissage la pipette de titrage **ne doit pas** être vissée à fond sur le flacon de réactif.
- L'analyse étant terminée, réinjecter dans le flacon de réactif H-2 la solution de titrage restant dans la pipette et **bien la visser sur le flacon de réactif à la place du bouchon fileté**.

9. Conversions

cherché donné	mmol/l de CaCO ₃ (de Ca)	mg/l de CaCO ₃	mg/l de Ca	degré français °f	degré anglais °e	degré allemand °d
1 mmol/l de CaCO₃ (de Ca)	1	100,1	40,08	10,01	7,02	5,61
1 mg/l de CaCO₃	0,010	1	0,400	0,100	0,070	0,056
1 mg/l de Ca	0,025	2,50	1	0,250	0,175	0,140
1 degré français °f	0,100	10,00	4,00	1	0,702	0,560
1 degré anglais °e	0,142	14,25	5,71	1,43	1	0,799
1 degré allemand °d	0,178	17,85	7,15	1,78	1,25	1

10. Contrôle du procédé

Contrôle des réactifs-test, du dispositif de mesure et de la manipulation : Dissoudre 3,67 g de calcium chlorure dihydraté dans de l'eau distillée, compléter à 1000 ml avec de l'eau distillée et mélanger. Teneur en Ca : 1000 mg/l ($\triangleq$ 250 °f).

Diluer cette solution étalon à 50 mg/l de Ca ($\triangleq$ 12,5 °f) avec de l'eau distillée et analyser comme décrit au § 8.

Remarques complémentaires, cf. sous www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

11. Remarques

- Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.
- Conserver couché le flacon de réactif H-2 (solution de titrage), **pipette de titrage vissée**, dans l'alvéole de l'emballage prévue à cet effet.
- Ne** rincer le tube à essai et la seringue **qu'avec de l'eau distillée**.
- Pour les dosages titrimétriques, le volume utilisé de solution de titrage dépend de la concentration de la substance à doser (ici des ions dureté). Les quantités de solution indicatrice et de solution de titrage contenues dans les flacons de réactifs sont calculées pour pouvoir effectuer 300 dosages à chacun 17,8 °f. Pour des eaux plus douces ou plus dures :

Dureté °f	Nombre de dosages	Solution indicatrice	Solution de titrage
0,36 - 17,8	300	toute utilisée	Il y a un reste.
>17,8	<300	Il y a un reste.	ne suffit pas pour 300 dosages

- Éliminez les déchets chimiques conformément aux réglementations locales.**

1.08039.0001

MQuant®

Test Durezza total

1. Definición

La dureza (dureza total) de un agua está condicionada por su contenido en sales de los metales alcalinotérreos calcio, magnesio, estroncio y bario ("formadores de dureza"). Como en el agua el estroncio y el bario en general solamente se encuentran en trazas, se define la dureza como el contenido de un agua en iones calcio, Ca^{2+} , e iones magnesio, Mg^{2+} ("iones de dureza"). Es usual que la indicación de la dureza del agua se refiera solamente al calcio, esto es, que también el contenido en iones magnesio se exprese como contenido en calcio.

Las unidades para la dureza del agua se refieren al calcio o a sus compuestos CaO ($1^\circ \text{d} \triangleq 10 \text{ mg/l de CaO}$) o CaCO_3 ($1^\circ \text{e} \triangleq 14,25 \text{ mg/l de CaCO}_3$; $1^\circ \text{f} \triangleq 10 \text{ mg/l de CaCO}_3$), donde el contenido en magnesio se expresa y se incluye en el cálculo como contenido en calcio.

2. Método

Determinación volumétrica con pipeta de valoración

Los iones calcio y magnesio forman con un indicador un complejo de color rojo. A partir de éste se libera el indicador al valorar con una solución de dihidrato de la sal disódica del ácido etilendinitrilotetraacético (Titriplex® III). En el punto final de la valoración tiene lugar un viraje a verde. La dureza total se deduce del consumo de solución valorante.

3. Intervalo de medida y número de determinaciones

Intervalo de medida ^{1), 2)}	Graduación de la pipeta de valoración	Número de determinaciones ³⁾
0,36 - 36 °f (0,2 - 20 °d)	0,36 °f (0,2 °d)	a 17,8 °f (10 °d)
10 - 360 mg/l de CaCO₃	10 mg/l de CaCO₃	300 a 180 mg/l de CaCO ₃

¹⁾ con 1 carga de pipeta

²⁾ factores de conversión, ver apartado 9

³⁾ En caso de valores de dureza total superiores a 17,8 °f, el número de determinaciones posibles es inferior a 300 (ver apartado 11).

4. Campo de aplicaciones

Material de las muestras:

Aguas subterráneas y superficiales, agua de mar
Aguas de la acuicultura
Aguas potables y minerales
Agua de piscinas
Agua de calderas

5. Influencia de sustancias extrañas

Cadmio, cinc, cobalto, cobre, hierro, mercurio y níquel interfieren en la determinación.

6. Reactivos y auxiliares

Los reactivos del test son utilizables hasta la fecha indicada en el envase si se conservan cerrados entre +15 y +25 °C.

Contenido del envase:

2 frascos de reactivo H-1 (solución indicadora)
2 frascos de reactivo H-2 (solución valorante)
1 jeringa de plástico graduada de 5 ml
1 recipiente de ensayo
1 pipeta de valoración
1 tarjeta con modo de empleo abreviado

Otros reactivos:

MQuant® Tiras indicadoras universales pH 0 - 14, art. 1.09535

Sodio hidróxido en solución 1 mol/l Titripur®, art. 1.09137

Acido clorhídrico 1 mol/l Titripur®, art. 1.09057

MQuant® Tests Dureza total:

art. 1.10025, intervalo de medida <5 - >37 °f

art. 1.10046, intervalo de medida >9 - >45 °f

MQuant® Test Dureza total, art. 1.08047,

intervalo de medida 0,18 - 10 °f (con 1 carga de pipeta)

MQuant® Test Dureza residual (con tarjeta colorimétrica), art. 1.11142,

intervalo de medida 0,07 - 0,27 °f

Calcio cloruro dihidrato para análisis EMSURE®, art. 1.02382

Envases de repuesto:

Art. 1.08033

MQuant® Test Dureza total, Envase de repuesto para 1.08039 (reactivos **sin accesorios técnicos** para 300 determinaciones a 17,8 °f)

Art. 1.11122

MQuant® Test Dureza total, Reactivo H-1 (solución indicadora)

Envase de repuesto para 1.08039

(600 determinaciones a 17,8 °f en combinación con 1.08203)

Art. 1.08203

MQuant® Test Dureza total, Reactivo H-2 (solución valorante)

Envase de repuesto para 1.08039

(600 determinaciones a 17,8 °f en combinación con 1.11122)

7. Preparación

- El valor del pH debe encontrarse en el intervalo 6 - 8. Si es necesario, ajustar con solución de hidróxido sódico o con ácido clorhídrico.

- Comprobar la dureza total con el test Dureza total MQuant®. Las muestras de poca dureza de agua deberían determinarse con el test Dureza total MQuant® art. 1.08047 o con el test Dureza residual MQuant® art. 1.11142.

8. Técnica

Enjuagar varias veces el recipiente de ensayo con la muestra preparada.		
Muestra preparada (15 - 30 °C)	5 ml	Introducir con la jeringa en el recipiente de ensayo.
Reactivo H-1	3 gotas ¹⁾	Añadir y agitar por balanceo. En presencia de formadores de dureza la muestra se colorea de rojo .

Colocar la pipeta de valoración **suelta** sobre el frasco de reactivo H-2 abierto. Tirar **lentamente** del émbolo de la pipeta de valoración desde la posición más baja, hasta que el borde **inferior** de la junta negra del émbolo coincida con la raya de marcado cero de la escala. (Aquí se llena **solamente el tubo cuenta-gotas** con solución valorante.)

Sacar la pipeta de valoración y rozar brevemente la punta del tubo cuentagotas para eliminar el exceso de líquido adherido. **Lentamente y agitando por balanceo**, gotear luego la solución de valoración a la muestra, hasta que su color vire de **rojo** a **verde** pasando por **violeta grisáceo** (poco antes del viraje). Poco antes de llegar al viraje de color esperar unos segundos después de cada gota.

En el borde **inferior** de la junta negra del émbolo leer el valor de medición en °d o en mg/l de CaCO_3 en la correspondiente escala de la pipeta de valoración.

¹⁾ **¡Mantener el frasco verticalmente durante la adición del reactivo!**

Evaluación:

Intervalo de dureza	mg/l de CaCO_3	mmol/l de CaCO_3 (de Ca)	°f
blando	<150	<1,5	<15
semiduro	150 - 250	1,5 - 2,5	15 - 25
duro	>250	>2,5	>25

Notas sobre la medición:

- ¡Al llenarla, la pipeta de valoración **no** debe estar firmemente enroscada con el frasco de reactivo!
- Después de acabado el análisis hacer retroceder, presionando, la restante solución de valoración desde la pipeta de valoración al frasco de reactivo H-2 y **enroscar firmemente la pipeta, en lugar de la tapa roscada, sobre el frasco de reactivo**.

9. Conversiones

buscado dado	mmol/l de CaCO_3 (de Ca)	mg/l de CaCO_3	mg/l de Ca	grado francés °f	grado inglés °e	grado alemán °d
1 mmol/l de CaCO_3 (de Ca)	1	100,1	40,08	10,01	7,02	5,61
1 mg/l de CaCO_3	0,010	1	0,400	0,100	0,070	0,056
1 mg/l de Ca	0,025	2,50	1	0,250	0,175	0,140
1 grado francés °f	0,100	10,00	4,00	1	0,702	0,560
1 grado inglés °e	0,142	14,25	5,71	1,43	1	0,799
1 grado alemán °d	0,178	17,85	7,15	1,78	1,25	1

10. Control del procedimiento

Comprobación de los reactivos del test, del dispositivo de medición y de la manipulación:

Disolver 3,67 g de dihidrato de cloruro cálcico en agua destilada, completar con ésta a 1000 ml y mezclar. Contenido de Ca: 1000 mg/l ($\triangleq$ 250 °f).

Diluir esta solución patrón con agua destilada a 50 mg/l de Ca ($\triangleq$ 12,5 °f) y analizar como se describe en el apartado 8.

Notas adicionales, ver bajo www.sigmaaldrich.com/qa-test-kits.

11. Notas

- Cerrar de nuevo inmediatamente los frascos tras la toma de los reactivos.
- Guardar el frasco de reactivo H-2 (solución valorante) **con la pipeta de valoración firmemente enroscada** en posición horizontal en la cavidad prevista del envase.
- Enjuagar el recipiente de ensayo y la jeringa **solamente con agua destilada**.
- En determinaciones volumétricas el consumo de solución valorante depende de la concentración de la sustancia a determinar (aquí: los iones de dureza). Las cantidades de solución indicadora y solución valorante contenidas en los frascos de reactivos están calculadas para que sean suficientes para 300 determinaciones de 17,8 °f cada una. Para aguas más blandas o más duras vale lo siguiente:

Dureza °f	Número de determinaciones	Solución indicadora	Solución valorante
0,36 - 17,8	300	es consumida	Queda un resto.
>17,8	<300	Queda un resto.	insuficiente para 300 determinaciones

- Deseche los residuos químicos de acuerdo con las regulaciones locales.**